



TESIS - SK142502

**PENURUNAN ASAM LEMAK BEBAS DARI MINYAK  
KELAPA SAWIT MENTAH MENGGUNAKAN  
MEMBRAN SERAT BERONGGA PVDF DENGAN  
KITOSAN DAN PENGIKAT SILANG  
GLUTARALDEHID**

ROMAYA SITHA SILITONGA

NRP 1414 201 008

PEMBIMBING

Nurul Widiastuti, Ph.D

Dr. Juhana Jaafar

PROGRAM MAGISTER

BIDANG KEAHLIAN KIMIA FISIK

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2016



THESIS - SK142502

# REDUCTION OF FREE FATTY ACIDS FROM CRUDE PALM OIL USING PVDF HOLLOW FIBER MEMBRANE MODIFIED CHITOSAN BY CROSSLINKED GLUTARALDEHYDE

ROMAYA SITHA SILITONGA

NRP 1414 201 008

SUPERVISOR

Nurul Widiastuti, Ph.D

Dr. Juhana Jaafar

MAGISTER PROGRAM

EXPERTISE FIELD OF PHYSICAL CHEMISTRY

CHEMISTRY DEPARTMENT

FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES

SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY

SURABAYA

2016

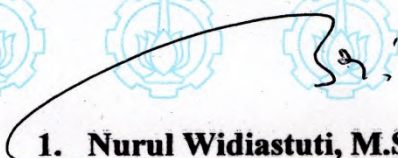
Telah disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
Magister Sains (M.Si)  
di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :  
Romaya Sitha Silitonga  
NRP. 1414 201 008

Tanggal Ujian : 02 Agustus 2016  
Tanggal Wisuda : September 2016

Disetujui oleh :

  
1. Nurul Widiastuti, M.Si., Ph.D.  
NIP. 19710425 199412 2 001

(Pembimbing I)

2. Dr. Juhana Jafaar

(Pembimbing II)

  
3. Dr. Hendro Juwono, M.Si.  
NIP. 19610606 198803 1 001

(Penguji)

  
4. Yatim Lailun Ni'mah, M.Si., Ph.D.  
NIP. 19840524 200812 2 006

(Penguji)

Direktur Program Pascasarjana,

  
Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc., Ph.D.  
NIP. 19601202 198701 1 001

## **Penurunan Kadar Asam Lemak Bebas Dari Minyak Kelapa Sawit Mentah Menggunakan Membran Serat Berongga PVDF dengan Kitosan dan Pengikat Silang Glutaraldehid**

Nama : Romaya Sitha Silitonga  
NRP : 1414 201 008  
Pembimbing : Nurul Widiastuti, M.Si., Ph.D

### **ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk menurunkan kadar asam lemak bebas dari minyak kelapa sawit mentah menggunakan membran serat berongga (PVDF) yang dimodifikasi dengan kitosan yang diikat silangkan dengan glutaraldehid. Modifikasi dilakukan dengan memvariasikan massa kitosan yaitu 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, dan 0,5 gram. Hasil interaksi ikat silang yang terjadi antara kitosan dan glutaraldehid, ditunjukkan dengan munculnya gugus baru  $N=C$  pada bilangan gelombang 1640 dan 1655  $cm^{-1}$  dan hasil morfologi dan topografi yang dihasilkan SEM dan AFM menunjukkan bahwa kitosan yang terikat silang dengan glutaraldehid telah terlapiskan dengan baik diatas permukaan membran serat berongga. Hasil aplikasi dari modifikasi membran serat berongga PVDF, menunjukkan terjadi peningkatan hasil rejeksi (%) yaitu 15,94% pada variasi kitosan 0,5 gram dan waktu hidup (*lifetime*) yang cukup lama yaitu 4,5 jam, yang menandakan bahwa penyumbatan (*fouling*) pada pori-pori membran lama terjadi. Hasil modifikasi membran menunjukkan terjadinya perubahan sifat dari hidrofobik untuk membran tanpa modifikasi menjadi hidrofilik untuk membran setelah modifikasi pada variasi kitosan 0,1 – 0,5 gram. Hasil ini serupa dengan hasil uji fluks air yang menyebabkan terjadinya peningkatan dari 0,84 liter/ $m^2$ .jam menjadi 1,12 liter/ $m^2$ .jam begitu juga pada porositas dari 55,45 menjadi 81,97%. Peningkatan kekuatan mekanik terjadi dari 1,9 MPa menjadi 2,4 MPa dan regangan dari 88,40% menjadi 111,17% pada membran PVDF/K-0,3. Begitu juga ketahanannya terhadap suhu menggunakan TGA dari 420° - 900°C menjadi 500° - 900°C untuk semua membran yang termodifikasi.

**Kata Kunci** : Membran Serat Berongga PVDF, ikat silang kitosan dan glutaraldehid, modifikasi permukaan, penurunan FFA

## **Reduction of Free Fatty Acids From Crude Palm Oil Using PVDF Hollow Fiber Membrane Modified Chitosan By Crosslinked Glutaraldehyde**

Name : Romaya Sitha Silitonga  
Student Identity Number : 1414201008  
Pembimbing : Nurul Widiastuti, M.Si, Ph.D

### **ABSTRACT**

This research aims to reduce free fatty acids from crude palm oil using the hollow fiber membrane polyvinylidene fluoride modified by crosslinked chitosan with glutaraldehyde as a crosslinking agent on the surface of PVDF hollow fiber membrane. The mass of chitosan was varied at 0.1; 0.2; 0.3; 0.4; and 0.5 grams. Interaction between chitosan and glutaraldehyde was shown from FTIR analysis result at 1640 and 1655  $\text{cm}^{-1}$  for N=C group. Results of SEM and AFM showed that chitosan crosslinked with glutaraldehyde was well coated on the surface of PVDF hollow fiber membranes. The modified membrane showed an improvement of rejection, which is 15.94% at chitosan varies of 0.5 g and life time was longer, from 3 hours to become 4,5 hours. This means the fouling occurred at longer time. Hydrophilicity properties of PVDF hollow fiber membrane was shown from the result of FE-SEM and contact angle at 90.24° was shown hydrophobic properties, while the modified of the membrane which has variants 0.1-0.5 g have been changed hydrophilic properties. Changing of the PVDF hollow fiber membrane can also be seen from the result of pure water flux and porosity were shown PVDF/K-0.1 higher than unmodified at 1.12 and 0.84 litre/m<sup>2</sup>hour, respectively, and also the result of porosity ( $\epsilon$ ) at 81.97 and 55.45%, respectively. The modified of the membrane also increase mechanical strength was shown from tensile strength, namely the stress from 1.9 MPa to become 3.0 MPa and strain from 88.40% to become 111.17% on the membrane PVDF/K-0.3 and was shown as same as good thermal for membrane modified and unmodified membrane from 420°- 900°C to become 500°- 900°C.

**Keywords : PVDF hollow fiber membrane, crosslink of chitosan and glutaraldehyde, modification of surface, decline of FFA.**

## DAFTAR ISI

|   |       |
|---|-------|
| LEMBAR PENGESAHAN .....   | iii   |
| ABSTRAK.....  | iv    |
| ABSTRACT.....   | v     |
| KATA PENGANTAR .....  | vi    |
| DAFTAR ISI .....  | vii   |
| DAFTAR GAMBAR .....   | xii   |
| DAFTAR TABEL .....  | xv    |
| DAFTAR LAMPIRAN .....   | xvii  |
| <br>BAB 1    PENDAHULUAN .....  | <br>1 |
| 1.1. Latar Belakang Masalah .....   | 1     |
| 1.2. Rumusan Masalah .....  | 5     |
| 1.3. Tujuan Penelitian .....  | 5     |
| 1.4. Manfaat Penelitian .....   | 5     |
| <br>BAB 2    KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI .....                                     | <br>7 |
| 2.1. Minyak Kelapa Sawit ( <i>Crude Palm Oil</i> ) .....                              | 8     |
| 2.2. Komposisi Rata-Rata Minyak Kelapa Sawit .....                                    | 9     |
| 2.3. Standar Mutu Minyak Kelapa Sawit (CPO) .....                                     | 9     |
| 2.4. Asam Lemak Bebas ( <i>free fatty acid</i> ) .....                                | 9     |
| 2.5. Proses Pemurnian Minyak ( <i>Oil refining</i> ) Untuk Menghilangkan<br>FFA ..... | 11    |
| 2.6. Proses Pemurnian Minyak (Oil Refining) Menggunakan Teknologi                     |       |

|   |    |
|---|----|
| Membran.....  | 12 |
| 2.6.1. Klasifikasi Membran Berdasarkan Struktur .....               | 14 |
| 2.6.2. Klasifikasi Membran Berdasarkan Fungsi .....                 | 15 |
| 2.6.3. Membran Ultrafiltrasi .....                                  | 17 |
| 2.6.4. Klasifikasi Membran Berdasarkan Modul .....                  | 18 |
| 2.6.5. Klasifikasi Membran Berdasarkan Pola Alir .....              | 19 |
| 2.6.6. Klasifikasi Membran Berdasarkan Material Asal .....          | 20 |
| 2.7. Membran PVDF ( <i>Polyvinylidene flouride</i> ) .....          | 22 |
| 2.7.1. Teknik Pembuatan Membran PVDF .....                          | 24 |
| 2.7.2. Modifikasi Membran PVDF .....                                | 26 |
| 2.8. Aplikasi Membran PVDF untuk Pemisahan Minyak Nabati ...        | 27 |
| 2.9. Material Pendukung Untuk Pelapisan Permukaan PVDF .....        | 28 |
| 2.10.Kitosan .....  | 29 |
| 2.10.1.Karakteristik Kitosan .....                                  | 31 |
| 2.10.2.Modifikasi Material Pendukung Kitosan .....                  | 32 |
| 2.11. Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan      |    |
| dan Pengikat Silang Glutaraldehyd .....                             | 34 |
| 2.11.1. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....             | 34 |
| 2.11.2. <i>Field Emission Scanning Electron Microscopy</i> (FE-SEM) | 35 |
| 2.11.3. <i>Atomic Force Microscopy</i> (AFM) .....                  | 35 |
| 2.11.4. <i>Fourier Transform – Infra Red</i> (FT-IR) .....          | 37 |

|         |   |    |
|---------|---|----|
| 2.11.5. | <i>Differential Scanning Calorimetry/Thermo Gravimetric Analyzer (DSC/TGA)</i> .....                    | 37 |
| 2.11.6. | Uji Sudut Kontak .....  | 38 |
| 2.12.   | Uji Kinerja Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan dan Pengikat Silang Glutaraldehyd .....          | 39 |
| 2.12.1. | Uji Porositas Membran .....   | 39 |
| 2.12.2  | Penentuan <i>Molecular Weight Cut Off</i> (MWCO) .....  | 39 |
| 2.12.3. | Penentuan Fluks Menggunakan Air ( <i>Pure Water Flux</i> )  | 40 |
| 2.12.4. | Analisa Kadar FFA Skala Laboratorium .....  | 40 |
| 2.12.5. | Fluks dan Rejeksi .....   | 41 |
| 2.12.6. | Uji Tarik .....   | 41 |
| BAB 3   | METODOLOGI .....  | 43 |
| 3.1.    | Alat dan Bahan .....  | 43 |
| 3.1.1.  | Alat .....  | 43 |
| 3.1.2.  | Bahan .....   | 43 |
| 3.2.    | Prosedur Kerja .....  | 44 |
| 3.2.1.  | Preparasi Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan dan Pengikat Silang Glutaraldehyd .....            | 44 |
| 3.2.2.  | Persiapan Umpan Membran Filtrasi Serat Berongga Skala Laboratorium <i>Refining Crude Palm Oil</i> ..... | 47 |
| 3.2.3.  | Pembuatan Model Membran Filtrasi Serat Berongga   |    |



|  |    |
|--|----|
| Skala Laboratorium <i>Refining Crude palm Oil</i> Untuk          |    |
| Aplikasi Pengurangan Kadar FFA Dari Kelapa Sawit                 |    |
| Mentah (CPO) .....   | 48 |
| 3.3. Analisa Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) Skala Laboratorium..   | 49 |
| 3.3.1. Menentukan FFA .....                                      | 49 |
| 3.3.2. Menentukan Normalitas KOH .....                           | 49 |
| 3.4. Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan    |    |
| Dan Pengikat Silang Glutaraldehid .....                          | 50 |
| 3.4.1. <i>Fourier Transform-Infra Red</i> (FT-IR) .....          | 50 |
| 3.4.2. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....           | 50 |
| 3.4.3. <i>Atomic Force Microscopy</i> (AFM) .....                | 50 |
| 3.4.4. Uji Sudut Kontak .....                                    | 51 |
| 3.4.5. Uji Porositas Membran .....                               | 51 |
| 3.5. Uji Kinerja Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan      |    |
| dan Pengikat Silang Glutaraldehid .....                          | 52 |
| 3.5.1. Penentuan Fluks Air Murni ( <i>Pure Water Flux</i> )..... | 52 |
| 3.5.2. Penentuan <i>Molecular Weight Cut Off</i> (MWCO)...       | 52 |
| 3.5.3. Penentuan Fluks dan Rejeksi .....                         | 53 |
| 3.5.4. <i>Field Emission Scanning Electron Microscopy</i>        |    |
| (FE-SEM) .....   | 54 |
| 3.5.5. Uji <i>Differential Scanning Calorimetry/Thermo</i>       |    |



## DAFTAR GAMBAR

|   |    |
|---|----|
| Gambar 2.1. Buah Kelapa Sawit .....   | 7  |
| Gambar 2.2. Hasil Reaksi Hidrolisa Minyak Kelapa Sawit (Trigliserida) .....               | 10 |
| Gambar 2.3. Skema Proses Pemisahan Dua Fase pada Membran .....                            | 12 |
| Gambar 2.4. Skema Kisaran Aplikasi pada Proses Pemisahan Menggunakan<br>Membran .....     | 15 |
| Gambar 2.5. Metode Dalam Luar dan Metode Luar ke Dalam pada Modul Serat<br>Berongga ..... | 19 |
| Gambar 2.6. Struktur Polimer PVDF .....   | 22 |
| Gambar 2.7. Struktur Kitosan .....  | 29 |
| Gambar 2.8. Reaksi Kimia Kitosan dengan (FFA) .....                                       | 31 |
| Gambar 2.9. Proses Crosslink (Ikat Silang) Kitosan dengan Glutaraldehyd .....             | 33 |
| Gambar 2.10. Gambar SEM untuk Kitosan Diikat Silang Dengan Glutaraldehyd                  | 35 |
| Gambar 2.11. Gambar Topografi AFM Serat Berongga PVD.....                                 | 36 |
| Gambar 2.12. Spektrum FT-IR Kitosan Ikat Silang Glutaraldehyd .....                       | 37 |
| Gambar 2.13. Kurva TGA .....  | 38 |
| Gambar 2.14. Skema Representatif Sudut Kontak Cairan Pada Permukaan ....                  | 38 |
| Gambar 3.1. Skema Diagram Proses <i>Dry-Jet Spinning</i> .....                            | 45 |
| Gambar 3.2. Modul Membran Serat Berongga .....  | 47 |
| Gambar 3.3. Desain Reaktor Membran Serat Berongga Skala Laboratorium                      |    |

|  |    |
|--|----|
| <i>Refining Crude Palm Oil</i> .....   | 48 |
| Gambar 3.4. Reaktor Membran Filtrasi Serat Berongga Skala Laboratorium       |    |
| <i>Refining Crude Palm Oil</i> .....   | 49 |
| Gambar 4.1. Spektra FTIR (a) Kitosan, (b) PVDF, (c) Glutaraldehyd, (d)       |    |
| PVDF/K-0,1, (e) PVDF/K-0,2, (f) PVDF/K-0,3, (g) PVDF/K-0,4,                  |    |
| dan (h) PVDF/K-0,5 .....   | 58 |
| Gambar. 4.2. (1) PVDF, (2) NMP, (3) EG, (4) Kitosan, (5) Glutaraldehyd ..... | 61 |
| Gambar. 4.3. Foto Membran Serat Berongga .....                               | 62 |
| Gambar. 4.4. Foto mikroskop permukaan membran serat berongga dan distribusi  |    |
| Pori (a,b) PVDF, (c,d) PVDF/K-0,1, (e,f) PVDF/K-0,5 .....                    | 63 |
| Gambar 4.5. Foto mikroskop penampang lintang membran serat                   |    |
| berongga (a) PVDF, (b) PVDF/K-0,1, (c) PVDF/K-0,5, (d) Perbesaran            |    |
| membran serat berongga PVDF, (e) Perbesaran PVDF/K-0,1,                      |    |
| (f) Perbesaran PVDF/K-0,5 .....  | 64 |
| Gambar. 4.6. Amplitudo <i>backward</i> AFM Membran Serat Berongga            |    |
| (a) PVDF, (b) PVDF/K-0,1, (c) PVDF/K-0,2, (d) PVDF/K-0,3,                    |    |
| (e) PVDF/K-0,4, (f) PVDF/K-0,5 .....   | 68 |
| Gambar 4.7. Topografi AFM Membran Serat Berongga (a) PVDF,                   |    |
| (b) PVDF/K-0,1, (c) PVDF/K-0,2, (d) PVDF/K-0,3, (e)                          |    |
| PVDF/K-0,4, (f) PVDF/K-0,5 .....   | 69 |
| Gambar. 4.8. Pengaruh Antara Membran Modifikasi Kitosan dan Sudut Kontak...  | 71 |

Gambar. 4.9. Hasil Gambar Digital Membran Serat Berongga

- (1) Membran serat berongga PVDF, (2) Membran PVDF/K-0,1,  
(3) Membran PVDF/K-0,2, (4) Membran PVDF/K-0,3,  
(5) Membran PVDF/K-0,4, (6) Membran PVDF/K-0,5 ..... 72

Gambar. 4.10. Pengaruh Antara Porositas dan Membran Modifikasi Kitosan ..... 74

Gambar. 4.11. Pengaruh Fluks Menggunakan Air dan Membran Modifikasi  
Kitosan ..... 76

Gambar 4.12. Modul Membran Serat Berongga (a) Modul Untuk Fluks Air, (b)  
Modul Untuk Aplikasi Penurunan FFA ..... 79

Gambar. 4.13. Alat Aplikasi Sistem *Dead-End* ..... 79

Gambar. 4.14. Hubungan Antara Membran Dengan Fluks Minyak Terhadap  
Waktu ..... 80

Gambar. 4.15. Hubungan Antara Membran Terhadap Rejeksi FFA Dan Waktu..81

Gambar. 4.16. FE-SEM Dari Permukaan (a) Membran PVDF, (b) PVDF/K-0,1,  
dan (c) PVDF/K-0,5 ..... 83

Gambar. 4.17. FE-SEM Dari Penampang Lintang (a) Membran PVDF, (b)  
PVDF/K-0,1, dan (c) PVDF/K-0,5 ..... 85

Gambar. 4.18. Termogram TGA (a) Kitosan, (b) Membran Serat Berongga PVDF,  
(c) Gabungan Membran Serat Berongga Termodifikasi Dan Tidak  
Modifikasi ..... 87

Gambar. 4.19. Hubungan Antara Membran Dengan Tegangan ..... 88

Gambar. 4.20. Hubungan Antara Membran Dengan Regangan ..... 89

## DAFTAR TABEL

|             |   |    |
|-------------|---|----|
| Tabel 2.1.  | Komponen Minor dari Minyak Kelapa Sawit .....   | 8  |
| Tabel 2.2.  | Standar Kualitas Minyak Kelapa Sawit .....  | 9  |
| Tabel 2.3.  | Komposisi Asam Lemak Minyak Sawit .....   | 10 |
| Tabel 2.4.  | Keuntungan dan Kerugian Proses Kimia dan Fisika .....   | 11 |
| Tabel 2.5.  | Beberapa Penelitian Pemisahan Minyak Menggunakan Teknologi<br>Membran .....   | 13 |
| Tabel 2.6.  | Klasifikasi Berdasarkan Struktur Membran .....  | 14 |
| Tabel 2.7.  | Klasifikasi Pemisahan Membran Secara Mikrofiltrasi, Ultrafiltrasi,<br>Nanofiltrasi, dan Reverse Osmosis .....   | 16 |
| Tabel 2.8.  | Klasifikasi Membran Berdasarkan Modul .....   | 17 |
| Tabel 2.9.  | Studi Literatur Modul Membran untuk Pemisahan Minyak ....   | 18 |
| Tabel 2.10. | Klasifikasi Membran Berdasarkan Pola Alir .....   | 20 |
| Tabel 2.11. | Klasifikasi Membran Berdasarkan Material Asal .....   | 20 |
| Tabel 2.12. | Studi Literatur Polimer yang Digunakan Bahan Baku Membran<br>untuk Deasidifikasi Asam Lemak Bebas atau FFA dari<br>Minyak Makan/Nabati ( <i>Edible Oil</i> ) Menggunakan Teknologi<br>Membran ..... | 21 |
| Tabel 2.13. | Sifat Umum PVDF .....   | 23 |
| Tabel 2.14. | Sifat PVDF yang Mendukung PVDF Sebagai Material Membran   | 23 |
| Tabel 2.15. | Teknik Pembuatan Membran PVDF .....   | 25 |

|             |  |    |
|-------------|--|----|
| Tabel 2.16. | Perbedaan Modifikasi Permukaan Pelapisan Permukaan dan<br><i>Grafting</i> Permukaan .....                  | 26 |
| Tabel 2.17. | Studi Literatur Pemisahan Zat Kotor Pada Minyak<br>Nabati Menggunakan Membran PVDF .....                   | 28 |
| Tabel 2.18. | Studi Literatur Material Pendukung Untuk Pelapisan<br>Permukaan PVDF .....                                 | 29 |
| Tabel 2.19. | Beberapa Penelitian Menggunakan Kitosan Dalam Proses<br>Pemisahan Minyak .....                             | 30 |
| Tabel 3.1.  | Kondisi Spinning Serat Berongga .....  | 47 |
| Tabel. 4.1. | Perbandingan Interpretasi Spektrum IR Membran PVDF<br>Tanpa Modifikasi dan Membran dengan Modifikasi ..... | 60 |
| Tabel 4.2.  | Rata-rata Kekasaran Permukaan (Sa) dan Distribusi Kekasaran ..   | 70 |
| Tabel. 4.3. | Hasil Perhitungan MWCO PEG 3,4 kDa dan BSA 45 kDa .....  | 77 |

## DAFTAR LAMPIRAN

|  |     |
|--|-----|
| LAMPIRAN A .....   | 103 |
| 1. Preparasi Membran Serat Berongga PVDF .....   | 103 |
| 2. Preparasi Membran Serat Berongga PVDF dengan Kitosan<br>dan Pengikat Silang Glutaraldehyd ..... | 104 |
| 3. Uji Membran .....   | 105 |
| 3.1. Uji Sudut Kontak Membran Serat Berongga .....   | 105 |
| 3.2. Uji Porositas Membran Serat Berongga .....  | 105 |
| 3.3. Uji Tarik Membran Serat Berongga .....  | 106 |
| 3.4. Penentuan Fluks Air Murni ( <i>Pure Water Flux</i> ) .....                                    | 106 |
| 3.5. Penentuan <i>Molecular Weight Cut Off</i> (MWCO) .....  | 107 |
| 3.5.1. Menggunakan Bovine Serum Albumin (BSA)<br>MWCO 45000 Da .....                               | 107 |
| 3.5.2. Menggunakan Poli etilen glikol (PEG) MWCO<br>3400 Da .....                                  | 108 |
| 3.6. Penentuan Fluks dan Rejeksi Dari Minyak Kelapa Sawit<br>Mentah (CPO) .....                    | 109 |
| 3.7. Analisa Asam Lemak Bebas (FFA) Menggunakan Metode<br>Titrasi .....                            | 110 |
| LAMPIRAN B .....   | 111 |
| 1. Pembuatan larutan CH <sub>3</sub> COOH (Asam Asetat) 2% .....                                   | 111 |
| 2. Pembuatan larutan NaOH 1 M .....  | 111 |



|  |     |
|--|-----|
| LAMPIRAN C (MWCO) .....                                    | 113 |
| LAMPIRAN D (Uji Tarik) .....                               | 117 |
| LAMPIRAN E (Uji Sudut Kontak) .....                        | 120 |
| LAMPIRAN F (Fluks Air ( <i>Pure Water Flux</i> ) .....     | 121 |
| LAMPIRAN G (Uji Porositas) .....                           | 124 |
| LAMPIRAN H (Uji Fluks Minyak dan Rejeksi FFA) .....        | 126 |
| LAMPIRAN I (Uji TGA) .....                                 | 137 |
| LAMPIRAN J (Uji AFM) .....                                 | 141 |
| LAMPIRAN K (Uji SEM Permukaan Membran Serat Berongga PVDF) | 147 |

## BAB 1

### PENDAHULUAN

#### 1.1. Latar Belakang Masalah

Minyak Sawit mentah (*Crude Palm Oil, CPO*) merupakan minyak kasar yang diperoleh dengan cara ekstraksi daging buah sawit dan biasanya masih mengandung kotoran terlarut dan tidak terlarut dalam minyak. Pengotor yang dikenal dengan sebutan *gum* atau getah ini terdiri dari fosfatida, protein, hidrokarbon, karbohidrat, air, logam berat, resin, asam lemak bebas atau *free fatty acid* (FFA), tokoferol, pigmen dan senyawa lainnya (Zufarov, dkk., 2008). Pengotor pada minyak akan menurunkan kualitas CPO. Salah satu zat pengotor yang dapat menurunkan kualitas CPO adalah FFA. FFA terdiri dari asam palmitat, asam laurat, asam oleat dan asam stearat. Kandungan FFA sebagai asam palmitat pada CPO berkisar 44% (Purwanto, 2010). Tingginya FFA, disebabkan adanya reaksi hidrolisa pada minyak. Normalnya kadar FFA pada CPO berkisar 3 – 5% (Pahan, 2006). Oleh karena itu, dibutuhkan suatu proses untuk menurunkan kadar FFA agar dapat meningkatkan kualitas CPO.

Pengurangan kadar FFA secara konvensional dapat dilakukan melalui proses pemurnian minyak, yaitu proses kimia dan proses fisika. Adapun kelebihan dari dua proses ini adalah mampu mengurangi kadar FFA sekitar 3-5% dengan menggunakan bahan kimia (*Alkali refining*) dan dengan proses *steam* serta distilasi netral (*Physic refining*) (World Oil Group, 2015). Dibalik kelebihan-kelebihan dua proses ini, juga memiliki kelemahan-kelemahan yaitu kebutuhan energi tinggi, adanya kehilangan minyak, kebutuhan air dan bahan kimia yang tinggi, kehilangan nutrien, serta dihasilkannya limbah berat. Orthoefer (1996) dan Gingras (2000) melaporkan bahwa pada proses pengurangan asam dari minyak bekatul (padi) menggunakan proses kimia (*Alkali refining*), menyebabkan penurunan hasil minyak, yang diakibatkan penggunaan bahan kimia (NaOH) ketika proses safonifikasi, begitu juga pada proses pengurangan asam secara fisika (*Physic*

*refining*) yang menggunakan uap panas (*superheated steam*) dengan temperatur tinggi sekitar  $\geq 220^{\circ}\text{C}$  yang dapat merusak komponen penting dalam CPO, salah satunya adalah karotene (C'molik dan Pokorny (2000) ; Dunford (2012)). Dari kelemahan proses konvensional dalam proses pemurnian minyak tersebut, maka diperlukan suatu teknologi baru untuk menjawab permasalahan dari proses konvensional (Kale,dkk., 1999; World Oil Group, 2015).

Teknologi membran merupakan cara baik yang dapat digunakan dalam semua tahap produksi CPO. Teknologi membran ini, memiliki kelebihan hemat energi dan biaya, mudah di *scale-up*, sedikit memerlukan bahan kimia, tidak melibatkan proses perubahan fasa, mengurangi kehilangan minyak (*oil losses*) serta jumlah limbah yang dihasilkan juga lebih sedikit. Beberapa penelitian mengenai proses pengurangan FFA dengan teknologi membran, telah dilakukan Keurentjes, dkk (1992) dan Raman, dkk (1996) dari minyak kedelai, serta Pioch dan Lague`ze (1996) dari minyak biji matahari dengan cara *pretreatment*, yang menghasilkan nilai rejeksi asam lemak bebas sekitar 50-90%. Penelitian baru-baru ini, Azmi, dkk (2015) berhasil merejeksi FFA dari CPO tanpa *pretreatment*, sekitar 5%. Namun, dari hasil penelitian Azmi, dkk (2015), nilai rejeksi FFA yang dihasilkan rendah dan fluks yang dihasilkan juga rendah sekitar  $2,22 \text{ kg/m}^2\cdot\text{jam}$ . Rendahnya hasil rejeksi FFA dan fluks minyak dalam penelitian Azmi, dkk (2015), dikarenakan konsentrasi material pendukung yang digunakan pada permukaan membran matriks dalam proses ikat silang berlebih, sehingga menyebabkan penyumbatan (*fouling*) pada permukaan membran.

Beberapa penelitian mengenai penanggulangan *fouling* telah dilakukan. Dari hasil penelitian, upaya untuk menanggulangi *fouling* adalah dengan memperhatikan sifat hidrofobik (tidak suka air) dan hidrofilik (suka air) material membran dan nilai *Membrane Weight Cut Off* (MWCO) (Hasyimah, dkk., 2011). Pagliero, dkk (2007) melaporkan, penyebab *fouling* pada membran untuk asam humat (*Humid Acid*) adalah tingginya MWCO dari membran yang digunakan. MWCO besar, memiliki pori yang besar. Akibatnya, asam humat mudah masuk kedalam pori hingga menutup pori dan membentuk lapisan kerak (*cake layer*) sehingga terjadi *fouling*. Azmi, dkk (2015) dalam penelitiannya untuk merejeksi

FFA dari CPO dengan membran PVDF untuk MWCO rendah, menghasilkan waktu hidup (*lifetime*) sekitar 3 jam, ini menandakan bahwa lamanya waktu *fouling* pada membran PVDF dan dikarenakan sifat hidrofobik yang dimiliki membran PVDF, membuat molekul FFA yang juga memiliki gugus hidrofobik dapat berinteraksi, sehingga molekul FFA dapat melewati pori-pori membran. Berdasarkan studi literatur tersebut, maka pada penelitian ini digunakan membran PVDF dengan MWCO rendah untuk meminimalisasi masalah penyumbatan dan menambah waktu hidup (*lifetime*) pada membran.

PVDF adalah fluoropolimer termoplastik murni. PVDF baik dijadikan sebagai bahan membran, karena memiliki kelebihan yaitu, sifatnya yang tidak reaktif, hidrofobik, stabil terhadap bahan kimia, dapat digunakan pada rentang pH yang relatif tinggi (4-9), memiliki kestabilan termal yang baik dan bersifat hidrofobik (Mulder, 1996 dan Pagliero,dkk., 2001). Karena kelebihan membran PVDF tersebut, maka membran PVDF banyak diaplikasikan di berbagai proses pemisahan, salah satunya adalah pemisahan pada minyak (*refining oil*). Pada proses pemisahan minyak, membran PVDF memiliki kekurangan yaitu, rendahnya kinerja dalam proses merejeksi FFA. Du, dkk (2009) melaporkan, dengan memodifikasi membran PVDF dengan material membran pendukung, nilai fluks yang dihasilkan tinggi dan rendahnya laju penyumbatan dibandingkan tanpa modifikasi. Azmi, dkk (2015) melaporkan, untuk dapat meningkatkan kinerja membran PVDF dan mempertahankan sifatnya selama proses pemisahan pada minyak, perlu dilakukan modifikasi lanjut. Oleh karena itu, membran PVDF pada penelitian kali ini, perlu dimodifikasi dengan bantuan material membran pendukung lainnya, agar dapat meningkatkan kinerjanya dalam merejeksi FFA, meminimalisasi *fouling* dan meningkatkan fluks.

Modifikasi membran PVDF dengan bantuan material pendukung dapat meningkatkan kinerja membran PVDF. Du, dkk (2009) berhasil memodifikasi membran modul datar (*flat sheet*) PVDF dengan larutan Poli vinil alkohol (PVA) menggunakan teknik pelapisan permukaan (*surface coating*), kemudian diikat silang (*crosslink*). Modifikasi ini, menghasilkan fluks tinggi dan rendahnya laju penyumbatan. Borributh, dkk (2009), memodifikasi membran PVDF dengan

larutan kitosan, menggunakan teknik pelapisan permukaan (*surface coating*) pada permukaan membran dan dinding pori membran, dalam proses pengurangan protein. Modifikasi ini, menghasilkan sifat-sifat anti penyumbatan yang baik pada membran dengan menghasilkan *pure water fluks* 972-247 L/m<sup>2</sup>.jam. Oleh karena modifikasi ini menghasilkan sifat-sifat anti penyumbatan yang baik dan fluks yang tinggi, maka dipilih modifikasi permukaan dengan teknik pelapisan permukaan (*surface coating*) dengan material pendukung kitosan.

Kitosan adalah turunan N-deasetilasi dari kitin. Ketersediaan kitosan yang melimpah, harga kitosan yang relatif murah dan memiliki gugus amino dan hidroksi sebagai sisi aktifnya, oleh beberapa peneliti menjadikannya sebagai material bahan membran. Morganti, dkk (2011), Shelma dan Sharma (2011) melaporkan bahwa kitosan memiliki kemampuan untuk mengikat sejumlah molekul seperti trigliserida, kolesterol, dan asam lemak. Kemampuan mengikat sejumlah molekul tersebut, dikarenakan sisi aktif yang dimiliki oleh kitosan. Fauzan, dkk (1998) melaporkan bahwa, kitosan dengan berat molekul sedang dapat mengikat FFA dalam minyak goreng dengan hasil 70% FFA berkurang. Dibalik kelebihanannya dalam mengikat FFA, kitosan memiliki kelemahan yaitu, struktur kitosan masih kurang stabil ketika proses pengikatan FFA berlangsung. Oleh karena itu, untuk membuat struktur kitosan stabil perlu dilakukan modifikasi.

Salah satu modifikasi untuk membuat struktur kitosan stabil yaitu dengan cara ikat silang (*crosslink*) dengan agen pengikat silang (*crosslink agent*). Adapun, agen pengikat silang yang sesuai yaitu glutaraldehid (GA). Beppu, dkk (2007) melaporkan bahwa, GA dapat mudah diikat silang melalui gugus amina pada kitosan dan dapat meningkatkan sifat hidrofobik dari membran kitosan. Dengan terbentuknya ikatan silang pada kitosan, struktur kitosan lebih stabil atau tidak mudah rusak dalam kondisi ekstrim (asam atau basa pekat) (Beppu, dkk., 2007) dan dapat mengurangi *fouling* (Boributh, dkk., 2009).

## **1.2. Rumusan Masalah**

Upaya penurunan kadar asam lemak bebas (*free fatty acids*) atau FFA dari minyak kelapa sawit mentah (*crude palm oil*) atau CPO menggunakan membran PVDF tanpa *pretreatment*, namun, cepat terjadi penyumbatan sehingga rejeksi asam lemak bebas (*free fatty acids*) atau FFA masih rendah. Oleh karena itu, perlu dilakukan modifikasi membran PVDF untuk mengatasi *fouling*, meningkatkan fluks dan rejeksi asam lemak bebas (*free fatty acids*) atau FFA.

## **1.3. Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan meningkatkan kinerja membran PVDF yaitu tanpa *pretreatment* dengan cara memodifikasi membran PVDF dengan kitosan dan glutaraldehyd sebagai agen pengikat silang. Pada penelitian ini massa kitosan divariasi. Karakteristik membran serat berongga PVDF/Kitosan ikat silang (*crosslink*) dengan Glutaraldehyd (GA) yang dihasilkan ini diuji menggunakan SEM, FE-SEM, *Contact Angle* Goniometer, AFM, FT-IR, DSC/TGA, Uji tarik, Uji porositas, Uji fluks menggunakan air (*pure water flux*), MWCO, dan fluks serta rejeksi.

## **1.4. Manfaat Penelitian**

Dengan memodifikasi membran PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehyd (GA) ini, diharapkan dapat menimalisasi masalah penyumbatan (*fouling*) pada membran, sehingga akan mengurangi biaya *pretreatment* dan meningkatkan waktu hidup (*lifetime*) membran PVDF.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BAB 2

### KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

#### 2.1. Minyak Kelapa Sawit (*Crude Palm Oil*, CPO)

*Crude Palm Oil* (CPO) adalah minyak kasar berbentuk semi padat, berserat halus, dan mengandung sedikit air berwarna kuning jingga kemerah-merahan yang berasal dari kelapa sawit yang diekstraksi dari *mesocarp* buah kelapa sawit. Keberadaan sedikit air dan serat halus berwarna kuning hingga merah disebabkan oleh lemak jenuh. Minyak sawit mengandung 41% lemak jenuh. Keberadaan sedikit air dan serat halus berwarna kuning jingga kemerah-merahan disebabkan oleh lemak jenuh yang tinggi pada CPO, mengakibatkan minyak kelapa sawit kasar tidak dapat langsung digunakan sebagai bahan pangan maupun non pangan (Naibaho, 1996).



Gambar 2.1 Buah Kelapa Sawit (a) Daging buah sawit (*Palm Mesocarp*), (b) Inti sawit (*Palm Kernel*) (Palm (Sumber : Tim Advokasi Minyak Sawit Indonesia – Dewan Minyak Sawit Indonesia (TAMSI\_DMSI, 2010)

Minyak sawit kasar (CPO) merupakan komoditas andalan penghasil devisa bagi Indonesia dari sektor industri Agro. Sekitar 80% penguasaan pasar



CPO dunia dihasilkan oleh Indonesia (Ahmad, dkk., 2005). Berbagai industri banyak memanfaatkan minyak sawit sebagai bahan baku industri pangan dan non pangan seperti, industri kosmetik dan farmasi (Fauzi, 2007).

Minyak sawit bisa dijadikan sebagai minyak makan (*edible oil*) jika unsur-unsur trigliserida dipisahkan dari unsur-unsur non-trigliseridanya. Unsur-unsur non-trigliserida yang larut dalam minyak seperti asam lemak bebas atau *Free fatty acid* (FFA), karoten, serta antioksidan dapat dipisahkan secara kimiawi, sementara unsur non-trigliserida yang tidak larut dalam minyak dapat langsung dipisahkan melalui proses filtrasi bertingkat (Hadi, 2007).

## 2.2. Komposisi Rata-rata Minyak Kelapa Sawit

Minyak kelapa sawit tersusun atas lemak dan minyak alam yang terdiri atas trigliserida, digliserida, dan monogliserida, asam lemak bebas atau FFA, *moisture*, pengotor dan komponen-komponen minor bukan minyak/lemak yang secara umum disebut dengan senyawa yang tidak dapat disabunkan (Cheryan, 1998; Direktorat Jenderal Perkebunan, 2006).

Tabel 2.1 Komponen Minor dari Minyak Kelapa Sawit (Tan, 1981)

| No. | Senyawa                   | Konsentrasi (ppm) |
|-----|---------------------------|-------------------|
| 1   | Karotenoid                | 500-700           |
| 2   | Tokoperol dan Tokotrienol | 600-1.000         |
| 3   | Sterol                    | 326-527           |
| 4   | Phospholipid              | 5-130             |
| 5   | Triterpen Alkohol         | 40-80             |
| 6   | Metil sterol              | 40-80             |
| 7   | Squalen                   | 200-500           |
| 8   | Alkohol Alifatik          | 100-200           |
| 9   | Hidrokarbon Alifatik      | 50                |

Disamping komponen utama penyusun minyak kelapa sawit berupa asam lemak jenuh dan tidak jenuh (stearin dan olein), juga terdapat komponen minor yang terdapat pada minyak kelapa sawit dalam jumlah kecil. Minyak kelapa sawit mengandung sekitar 1% komponen minor diantaranya : karoten, vitamin E (tokoferol dan tokotrienol), sterol, fosfolipid, glikolipid, terpen, dan hidrokarbon

alifatik. Karotene dan vitamin E (tokoferol dan tokotrienol) berguna untuk memberikan kontribusi sifat fisiologis yang terpenting pada tubuh dan juga memiliki peran sebagai anti oksidan alami yang melindungi minyak dari proses oksidasi (Yen, 1994). Komponen minor dari minyak kelapa sawit diperlihatkan pada Tabel 2.1.

### 2.3. Standar Mutu Minyak Kelapa Sawit (CPO)

Standar mutu menentukan kualitas minyak kelapa sawit, yaitu kadar asam lemak bebas, kadar air dan kadar kotoran dengan kuantitas seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.2 (Ketaren, 1986). Rendahnya mutu sawit sangat ditentukan oleh banyak faktor. Faktor tersebut dapat langsung dari satu sifat pohon induknya, penanganan pasca panen, atau kesalahan selama pemrosesan (perebusan, pelepasan buah, pelumatan (digester), pengeluaran minyak, pemurnian minyak (klarifikasi)) dan pengangkutannya.

Tabel 2.2 Standar Kualitas Minyak Kelapa Sawit (Pahan, 2006)

| No | Karakteristik          | Batasan (%) |
|----|------------------------|-------------|
| 1  | Kadar asam lemak bebas | < 3,50      |
| 2  | Kadar air              | < 0,10      |
| 3  | Kadar kotoran          | < 0,01      |

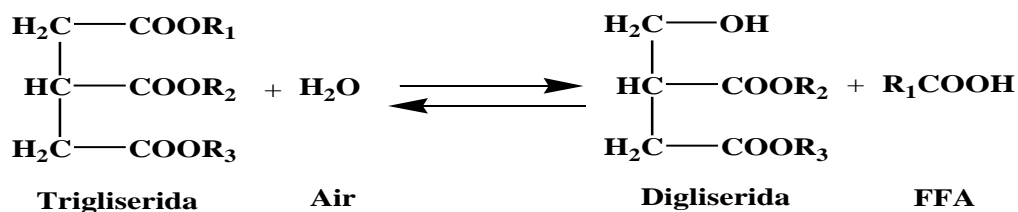
### 2.4. Asam Lemak Bebas atau *Free Fatty Acid* (FFA)

Asam lemak atau *fatty acid* (FA) merupakan grup dari asam organik yang terdapat dalam minyak sawit, memiliki ukuran  $\pm 200$  Da atau  $0,0004 \mu\text{m}$  dan bersifat hidrofobik. Asam lemak yang paling dominan dalam minyak sawit yaitu asam palmitat dan Oleat. Umumnya, komposisi asam lemak minyak sawit secara umum dapat ditunjukkan pada Tabel 2.3. Asam lemak bebas atau *free fatty acids* (FFA) adalah asam yang dibebaskan pada saat proses hidrolisa atau dengan kata lain asam lemak yang tidak terikat pada molekul lain.

Tabel 2.3 Komposisi Asam Lemak Minyak Sawit (Ketaren, 1986 dan Pahan, 2006)

| No. | Jenis Asam Lemak | Komposisi (%) | Titik Cair (°C) | Titik Beku (°C) |
|-----|------------------|---------------|-----------------|-----------------|
| 1.  | Laurat           | 0,2           | 44              | 44,1            |
| 2.  | Miristat         | 1,1           | 58              | 54,20           |
| 3.  | Palmitat         | 44            | 64              | 62,80           |
| 4.  | Stearat          | 4,5           | 69,4            | 69,60           |
| 5.  | Oleat            | 39,2          | 14              | 16,3            |
| 6.  | Linoleat         | 10,1          | -11             | -5,0            |

Proses hidrolisa selama pemrosesan di pabrik merupakan faktor yang sangat dominan dalam FFA. Hasil reaksi hidrolisa minyak kelapa sawit diperlihatkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Hasil Reaksi Hidrolisa Minyak Kelapa Sawit (Trigliserida) (Ketaren, 1986)

Hasil reaksi hidrolisa minyak sawit adalah digliserida dan FFA. Gliserida dalam minyak bukan merupakan gliserida sederhana, tetapi merupakan gliserida campuran yaitu molekul gliserol berikatan dengan asam lemak yang berbeda (Pahan, 2006). Reaksi ini akan dipercepat dengan adanya faktor-faktor panas, air, keasaman, dan katalis (enzim). Semakin lama reaksi ini berlangsung, maka semakin banyak FFA yang terbentuk. FFA dalam konsentrasi tinggi yang terikut dalam minyak sawit sangat merugikan. Maka dari itu, perlu dilakukan pengurangan FFA dalam minyak sawit kasar agar menghasilkan minyak sawit kasar yang baik mutunya.

## 2.5. Proses Pemurnian Minyak (*Oil Refining*) untuk Menghilangkan FFA

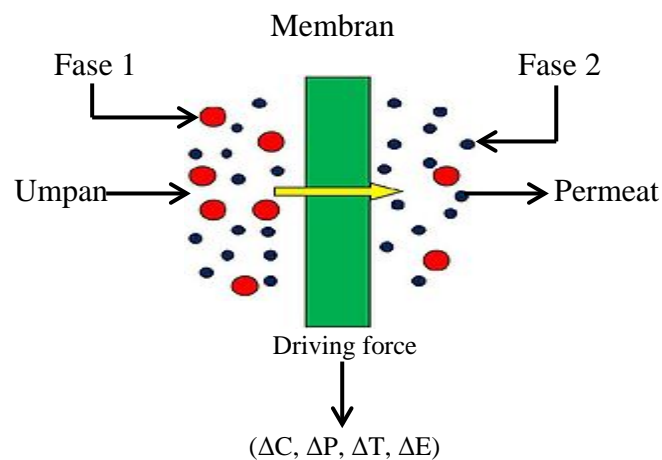
Minyak kasar kembali diolah untuk menghilangkan kotoran yang tidak diinginkan, seperti *gums* (getah dan lendir), FFA, sejumlah kecil logam (*Trace metal*), komponen pewarna, dan komponen yang mudah menguap dengan cara dimurnikan. Selama proses, FFA akan mengalami pengurangan konsentrasi hingga kurang dari 3-5% pada minyak olahan. Ada dua proses pemurnian minyak (*oil refining*) secara konvensional yakni secara kimia (*Alkali refining*) dan fisika (*Physical refining*). Pengolahan secara fisika dan kimia secara sederhana dapat ditampilkan pada Tabel. 2.4. Dibalik keuntungan dari kedua proses konvensional diatas, terdapat beberapa kerugian pada kedua proses tersebut, sehingga diperlukan suatu proses atau teknologi baru untuk menjawab kerugian atau permasalahan dalam proses pemurnian atau pemisahan asam lemak bebas pada minyak sawit kasar.

Tabel 2.4 Keuntungan dan Kerugian Proses Pemurnian Secara Kimia dan Fisika (C'Molik dan Pokorny, 2000);Dumont dan Narine, 2007;Kellens, dkk., 2007)

| No. | Proses Pemurnian                       | Keuntungan  | Kerugian   |
|-----|--|---|--|
| 1.  | Kimia<br>( <i>Alkali refining</i> )    | 1. Proses yang fungsional (handal).<br>2. Sangat baik dalam penghilangan FFA.                                   | 1. Kehilangan triasiglisierol murni<br>2. Tingginya energi yang digunakan<br>3. Sangat Mahal<br>4. Memakan waktu yang lama<br>5. Menghasilkan limbah kimia             |
| 2.  | Fisika<br>( <i>Physical refining</i> ) | 1. Kurangnya permintaan energi<br>2. Menghasilkan sedikit <i>by product</i> (produk samping)<br>3. Biaya rendah | 1. Merusak karoten<br>2. Berkurangnya warna merah tua<br>3. Tingginya kerusakan oksidatif<br>4. Kemungkinan hilangnya vitamin E<br>5. Mengurangi ketahanan masa simpan |

## 2.6. Proses Pemurnian Minyak (*Oil Refining*) Menggunakan Teknologi Membran

Proses pemisahan menggunakan membran merupakan cara alternatif untuk proses kimia, farmasi, bioteknologi, dan industri makanan. Proses pemisahan komponen-komponen tersebut dapat terjadi karena adanya proses fisika kimia antara membran dengan komponen yang akan dipisahkan dan adanya gaya dorong (*driving force*). Gaya dorong berupa gradien konsentrasi ( $\Delta C$ ), gradien tekanan ( $\Delta P$ ), gradien temperatur ( $\Delta T$ ), dan gradien potensial ( $\Delta E$ ) (Mulder, 1996). Adapun proses pemisahannya dapat dijelaskan melalui Gambar 2.3. Rendahnya konsumsi energi, mengurangi tahapan proses, efisiensi pemisahan yang sangat baik dan memperbaiki kualitas produk akhir, merupakan daya tarik dari proses pemisahan ini (Mulder, 1996).



Gambar 2.3. Skema Proses Pemisahan Dua Fase pada Membran (Mulder, 1996)

Teknologi pemisahan menggunakan membran merupakan cara yang baik untuk mengatasi permasalahan dalam penggunaan proses kimia dan fisika serta dapat menyediakan kesempatan untuk menciptakan proses pemurnian minyak yang ramah lingkungan (Cheryan, dkk., 1994; Raman, dkk., 1994). Teknologi ini juga dapat digunakan secara bersamaan, fraksinasi dan memurnikan produk (Cheryan,

1998; Hwang, 2011). Karena sifatnya yang fleksibilitas, teknologi membran ini dapat diterapkan di hampir semua tahapan pengolahan minyak (Kale, dkk., 1999).

Tabel 2.5. Keuntungan dan Kerugian Teknologi Membran (Cheryan, dkk., 1994; Raman, dkk., 1994 ; Cheryan, 1998 ; Hwang, 2011 Kale, dkk., 1999; Cui dan Muralidhara, 2010 Azmi, dkk., 2015)

| Metode  | Keuntungan   | Kerugian                    |
|---------|--|-----------------------------|
| Membran | Konsumsi energi yang rendah  | Mudah mengalami penyumbatan |
|         | Menjaga komponen (nutrisi) yang diinginkan dalam minyak  |                             |
|         | Mengurangi pengolahan air limbah   |                             |
|         | Menawarkan proses pemurnian yang menarik dimana penggunaan bahan kimia dapat dihindari selama proses berlangsung |                             |

Dari tabel 2.5. terlihat beberapa keuntungan dan kerugian penggunaan membran teknologi. Salah satu keuntungan adalah menawarkan proses pemurnian yang menarik, dimana penggunaan bahan kimia dapat dihindari selama proses berlangsung dan memiliki kerugian yaitu mudah mengalami penyumbatan.

Tabel 2.6. Beberapa Penelitian Pemisahan Minyak Menggunakan Teknologi Membran

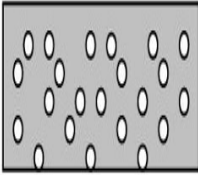

| Teknologi Proses | Jenis Minyak   | Proses Pemisahan                          | Pustaka                       |
|------------------|--|---|-------------------------------|
| Membran          | ➤ Minyak Kedelai   | Phosphor,FFA, sabun, klorophil, dan warna | Alicio,dkk (2002)             |
|                  | ➤ Minyak kedelai   | Phospholipids                             | Ochoa, dkk (2001)             |
|                  | ➤ Minyak kedelai<br>➤ Minyak biji bunga matahari<br>➤ Minyak Biji kanola | Phospholipids dan FFA                     | Hafidi, dkk (2005)            |
|                  | ➤ CPO  | FFA dan trigliserida                      | Hasyimah, dkk (2011 dan 2014) |
|                  | ➤ Minyak kasar biji bunga matahari<br>➤ Minyak kedelai                   | Phospholipids dan warna                   | Pagliari, dkk (2007)          |
|                  | ➤ CPO  | Phospholipid                              | Arora, dkk (2006)             |
|                  | ➤ CPO  | FFA                                       | Azmi, dkk (2015)              |
|                  | ➤ Minyak Sayur   | Phospholipids                             | Manjula, dkk (2011)           |
|                  | ➤ Minyak sayur   | Phosfor dan FFA                           | Pioch, dkk (1998)             |
|                  | ➤ Minyak kedelai   | FFA                                       | Raman, dkk (1996)             |

Beberapa penelitian pemisahan minyak menggunakan teknologi membran, diperlihatkan pada Tabel 2.6. Dari beberapa keuntungan yang ditawarkan dan dari hasil beberapa penelitian yang telah menggunakan teknologi membran khususnya untuk proses pemisahan pada minyak nabati, maka teknologi membran merupakan cara yang baik digunakan dalam proses pemisahan minyak.

### 2.6.1. Klasifikasi Membran Berdasarkan Struktur

Klasifikasi pertama yang dibahas yaitu klasifikasi berdasarkan struktur membran yang dijelaskan dalam Tabel 2.7. Struktur membran dibagi menjadi dua macam, yaitu membran berpori dan tidak berpori.

Tabel 2.7. Klasifikasi Berdasarkan Struktur Membran (Mulder, 1996)

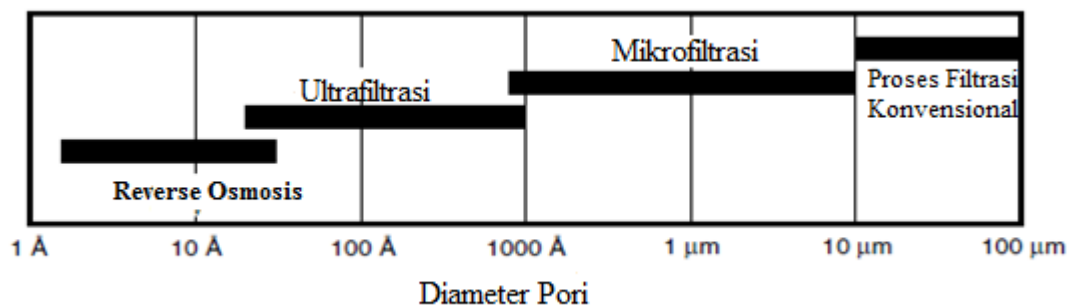
| No | Klasifikasi Membran | Keterangan  | Gambar  | Contoh Aplikasi   |
|----|---------------------|---|---|---|
| 1. | Membran berpori     | Membran yang memiliki pori dan pemisahannya berdasarkan prinsip perbedaan ukuran partikel dengan ukuran pori membrane |  | -Mikrofiltrasi seperti melewati air, menahan mikroba, dan lainnya.<br>-Ultrafiltrasi seperti menahan garam mineral dan lainnya. |
| 2. | Membran nonpori     | Membran yang tidak memiliki pori dengan prinsip pemisahan berdasarkan perbedaan kelarutan dan kemampuan difusi        |  | -Permeasi gas;<br>-Pervaporasi;<br>-Dialisis  |

Berdasarkan klasifikasi struktur membran seperti pada Tabel 2.7. membran berpori dibagi menjadi dua yaitu simetrik dan asimetrik yang dapat dijelaskan sebagai berikut (1) Membran simetrik: membran yang memiliki struktur dan ukuran pori yang homogen dengan ketebalan 10-200  $\mu\text{m}$  (2) Membran asimetrik: membran yang memiliki struktur dan ukuran pori heterogen antara atas dan bawahnya, biasanya bagian atas memiliki ukuran pori lebih kecil dibandingkan bagian bawah membran.

Pemilihan jenis pori membran dapat disesuaikan dengan aplikasi yang akan digunakan dengan menggunakan membran tersebut, sehingga untuk aplikasi pemisahan FFA dari CPO menggunakan membran berpori. Adapun prinsip kerja dari membran berpori ini berdasarkan perbedaan ukuran partikel FFA yang akan dipisahkan dengan partikel membran.

### 2.6.2. Klasifikasi Membran Berdasarkan Fungsi

Selanjutnya yaitu klasifikasi membran berdasarkan fungsi membran yang beraneka ragam. Adapun klasifikasi membran berdasarkan fungsi dapat dibedakan berdasarkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Skema Kisaran Aplikasi pada Proses Pemisahan Menggunakan Membran (Mulder, 1996)

Dari Gambar 2.4. diatas menunjukkan klasifikasi membran untuk memisahkan material berdasarkan ukuran molekul material dan untuk lebih memahami klasifikasi membran yang fungsinya untuk memisahkan suatu material, baik secara mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, nanofiltrasi, dan reverse osmosis, dapat dilihat pada Tabel 2.8. Dari Tabel.2.8 klasifikasi pemisahan membran secara mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, nanofiltrasi, dan reverse osmosis, terlihat perbedaan ukuran molekul dan tekanan. Dari Tabel. 2.8. klasifikasi pemisahan membran secara mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, nanofiltrasi, dan reverse osmosis, terlihat perbedaan ukuran molekul dan tekanan. Ukuran dari FFA sekitar  $\pm 200$  Da atau  $0,0004 \mu\text{m}$ , sehingga dari ukuran FFA tersebut pemisahan yang sesuai adalah ultrafiltrasi, nanofiltrasi, dan reverse osmosis.

Tabel 2.8. Klasifikasi Pemisahan Membran Secara Mikrofiltrasi, Ultrafiltrasi, Nanofiltrasi, dan Reverse Osmosis (Nakao, 1994; Modler, 2000; de Morais Coutinho, 2009; Mulder, 1996)



| Proses Pemisahan Membran | Ukuran Molekul             | Tekanan      | Ketebalan Membran  |
|--------------------------|----------------------------|--------------|--|
| Mikrofiltrasi            | 0,025 dan 10 $\mu\text{m}$ | < 0,2 MPa    | 10 – 150 $\mu\text{m}$   |
| Ultrafiltrasi            | 1– 300 kDa                 | > 1 MPa      | 150 $\mu\text{m}$  |
| Nanofiltrasi             | 350 – 1000 Da              | 1 dan 4 MPa  | Lapisan Atas: 150 $\mu\text{m}$<br>Lapisan Bawah : 1 $\mu\text{m}$ |
| Reverse Osmosis          | Dibawah 350 Da             | 4 dan 10 MPa | Lapisan Atas: 150 $\mu\text{m}$<br>Lapisan Bawah : 1 $\mu\text{m}$ |

Azmi, dkk (2015) pada penelitian sebelumnya menggunakan tekanan 2-4 bar (0,2 – 0,4 MPa) dengan proses pemisahan ultrafiltrasi. Kondisi tersebut akan meminimalisir kecenderungan terjadinya penyumbatan dan menambah waktu hidup (*lifetime*) membran (Mulder, 1996). Oleh karenanya, dalam penelitian ini akan digunakan membran ultrafiltrasi untuk hasil yang maksimal.

### 2.6.3. Membran Ultrafiltrasi

Membran ultrafiltrasi (UF) adalah teknik proses pemisahan (menggunakan) membran untuk menghilangkan berbagai zat terlarut BM (berat molekul) tinggi, aneka koloid, mikroba sampai padatan tersuspensi dari air. Ukuran dan bentuk molekul terlarut merupakan faktor penting. Batas berat molekul membran (*molecular weight cut-off*, MWCO) merupakan standar ukuran pori – pori membran berdasarkan berat molekul zat terlarut (*solute*) yang dapat ditahan oleh membran (Mulder, 1996).

Membran ultrafiltrasi mempunyai ukuran pori 1-100nm 19 (1000-106 NWCO), biasanya diukur dalam satuan Dalton. Satu Dalton adalah unit massa yang besarnya sama dengan 1/12 massa atom karbon-12 (yaitu satu satuan massa atom (*atomic mass unit*, *amu*) biasanya digunakan sebagai satuan untuk mengukur batas berat molekul (MWCO) yang dapat dipisahkan oleh membran ultrafiltrasi.

Teknologi pemurnian air, menggunakan membran ultrafiltrasi dengan batas berat molekul membran (MWCO) 1000 – 20000, lazim untuk penghilangan pirogen, sedangkan berat molekul membran (MWCO) 80.000- 500.000 untuk pemakaian penghilangan koloid dan minyak. Tekanan sistem ultrafiltrasi biasanya

rendah, 1-10 bar (70-700 kPa), maka dapat menggunakan pompa sentrifugal biasa (Modler, 2000; de Morais Coutinho, 2009).

#### 2.6.4. Klasifikasi Membran Berdasarkan Modul

Klasifikasi ketiga yaitu klasifikasi membran berdasarkan modul atau bentuk membran. Beberapa jenis modul membran dapat dilihat pada Tabel 2.9. berikut,

Tabel 2.9. Klasifikasi Membran Berdasarkan Modul (Baker, 2012) dan Mulder, 1996))

| No | Klasifikasi membran  | Modul   |
|----|--|---|
| 1. | Membran datar<br>Bentuk melebar dan memiliki penampang lintang yang besar. | <i>Plate dan frame</i><br>-Packing density: 100-400 m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup><br>-Digunakan untuk elektrodialisis dan pervaporasi, serta sedikit digunakan pada RO (Reverse Osmosis) dan Ultrafiltrasi.  |
|    |  | <i>Spiral Wound</i><br>-Packing density: 300-1000 m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup><br>-Digunakan untuk separasi, terutama pada industri makanan untuk mencegah pertumbuhan bakteri.   |
| 2. | Membran tubular<br>Bentuknya sesuai dengan tempat pencetakan membran       | Membran tubular<br>-Diameter > 5 mm<br>-Packing density: < 300 m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup><br>-Digunakan untuk aplikasi ultrafiltrasi dan mikrofiltrasi yang akan memberikan gradien ukuran pori membrane  |
|    |  | Membran serat berongga<br>-Diameter: < 0,5 mm<br>-Packing density: <30.000 m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup><br>-Digunakan untuk pemisahan gas dan aplikasi membran ultrafiltrasi, dalam pembuatannya bisa menggunakan kecepatan spinning yang tinggi. |

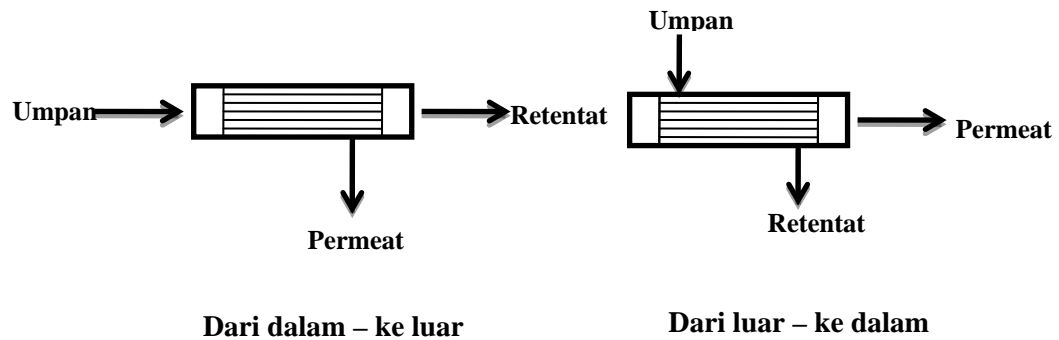
Modul membran yang dijelaskan di atas dapat digunakan sesuai aplikasinya. Berikut akan ditampilkan studi literatur modul membran yang digunakan untuk pemisahan minyak dalam Tabel 2.10. Dari Tabel 2.10. dapat dilihat bahwa nilai fluks pada kondisi stabil dan kondisi operasional, membran datar memiliki nilai yang lebih besar dibandingkan membran serat berongga.

Tabel 2.10. Studi Literatur Modul Membran untuk Pemisahan Minyak  
(Hai,dkk., 2005)

| No | Pembeda                   | Modul                   |                           |
|----|---------------------------|-------------------------|---------------------------|
|    |                           | Datar                   | Serat berongga            |
| 1. | Kecenderungan penyumbatan | 86%                     | 60 – 65%                  |
| 2. | Mekanisme penyumbatan     | Pore blocking           | Cake layer                |
| 3. | Fluks saat operasional    | 1,3 L/m <sup>2</sup> .h | 0,288 L/m <sup>2</sup> .h |
| 4. | Rejeksi                   | 98-99%                  | 97,7-99%                  |

Lebih besarnya nilai fluks ini juga diakibatkan karena ukuran pori membran datar yang lebih besar dibandingkan membran serat berongga walaupun konsumsi energi sama. Akan tetapi, besarnya nilai fluks ini mengakibatkan kecenderungan terjadinya penyumbatan yang berbeda. Adapun nilai koefisien rejeksi yang dihasilkan saat operasional hampir sama. Dengan demikian, penelitian ini akan menggunakan membran serat berongga untuk aplikasi pemisahan asam lemak bebas atau FFA.

Membran serat berongga juga memiliki keunggulan dengan besarnya nilai *packing density* yang mampu mencapai 3000 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>. Adapun yang dimaksud dari *packing density* disini adalah luas permukaan membran per volume modul (m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>). Dengan *packing density* yang sangat tinggi, maka *feed* yang dilewatkan ke dalam membran akan semakin banyak pula dan mampu meningkatkan laju alir *feed* melalui membran, sehingga kecenderungan terjadinya penyumbatan sangat tinggi. Metode alir pada membran serat berongga ada 2 (i) metode dalam ke luar (*inside – out*) dan (ii) metode luar ke dalam (*outside – in*). Metode dalam ke luar (*inside – out*) banyak digunakan untuk sistem *crossflow* karena umpan (*feed*) langsung lewat pada bagian dalam (*lumen*) dari membran serat berongga dengan bantuan *pressure drop*, sedangkan metode luar ke dalam (*inside-out*) banyak digunakan untuk sistem *dead-end* karena umpan kontak langsung pada sisi luar (*shell side*) membran dan permeat dikumpulkan pada bagian sisi dalam (*lumen*) membran dengan bantuan *pressure drop*. Metode dalam ke luar (*inside – out*) dan luar ke dalam (*inside-out*) skemanya dapat dilihat pada Gambar 2.5.



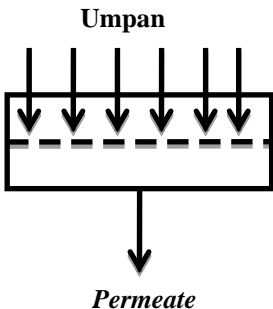
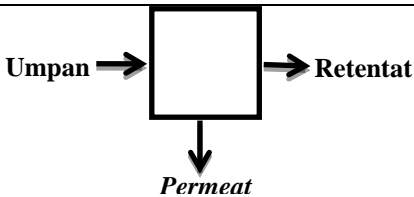
Gambar 2.5. Metode Dalam ke Luar dan Metode Luar ke Dalam pada Modul Serat Berongga (Mulder, 1996)

Mode luar ke dalam (*outside-in*) ini memiliki keuntungan dalam proses penanganan padatan yang tersuspensi. Hal ini menunjukkan bahwa modul serat berongga baik jika diaplikasikan pada proses pemisahan gas, pervaporasi, dan penyulingan air laut (Mulder, 1996). Oleh karenanya, dalam penelitian ini akan menggunakan modul membran serat berongga dengan mode dari luar ke dalam (*outside-in*).

#### 2.6.5. Klasifikasi Membran Berdasarkan Pola Alir

Klasifikasi membran berdasarkan pola alir dapat dijelaskan dalam Tabel 2.11. Pola alir ada 2 klasifikasi yaitu *dead-end* dan *cross flow*. Mallack dan Anderson (1997) dalam penelitiannya mengatakan bahwa pada sistem *dead-end*, keseluruhan dari fluida melewati membran (sebagai media *filter*) dan partikel tertahan pada membran, dengan demikian fluida umpan mengalir melalui tahanan membran dan tahanan penumpukan partikel pada permukaan membran, seperti terlihat pada Tabel 2.11.

Tabel 2.11. Klasifikasi Membran Berdasarkan Pola Alir (Wenten ,2001 dan Mulder, 1996)

| No. | Pola Aliran       | Gambar  | Keterangan  |
|-----|-------------------|---|---|
| 1.  | <i>Dead-End</i>   |  | Proses: Arah aliran tegak lurus terhadap membran.               |
| 2.  | <i>Cross-flow</i> |  | Proses: Umpan di alirkan arah sejajar dengan permukaan membran. |

#### 2.6.6. Klasifikasi Membran Berdasarkan Material Asal

Klasifikasi membran yang terakhir yaitu berdasarkan material asal. Material Asal dapat dikelompokkan menjadi 2 yaitu, membran organik dan anorganik. Klasifikasi membran berdasarkan material asal ditampilkan dalam Tabel 2.12.

Tabel 2.12. Klasifikasi Membran Berdasarkan Material Asal (Mulder, 1996)

| No | Klasifikasi Membran | Keterangan                                   | Contoh  |
|----|---------------------|--|---|
| 1. | Membran anorganik   | Membran yang terbuat dari material anorganik | Keramik, gelas, dan logam   |
| 2. | Membran polimer     | Membran yang terbuat dari polimer            | Selulosa asetat, Polivinilidin florida, polietilena, dan polisulfon |
| 3. | Membran biologis    | Membran yang berasal dari makhluk hidup      | Lipida  |

Berikut studi literatur material membran pada Tabel 2.13. Dari Tabel 2.13. dibawah menampilkan hasil kinerja studi literatur klasifikasi membran berdasarkan material asal.

Tabel 2.13. Studi Literatur Polimer yang Digunakan Bahan Baku Membran untuk Deasidifikasi FFA dari Minyak Makan/Nabati (*Edible Oil*) Menggunakan Teknologi Membran

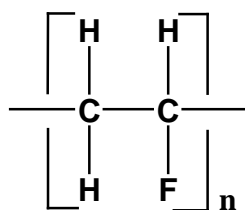
| No. | Membran                        | Minyak Nabati             | Target  | Hasil  | Pustaka                   |
|-----|--------------------------------|---------------------------|---|--|---------------------------|
| 1.  | Polyvinylidene Flouride (PVDF) | Minyak Sawit Mentah (CPO) | Pengurangan FFA tanpa bahan kimia (tanpa <i>pretreatment</i> )      | Rejeksi FFA = 5,93%<br><i>Pure Water</i><br>Fluks = 2,74 L/m <sup>2</sup> .jam | Azmi dkk (2015)           |
| 2.  | Selulosa                       | Minyak Biji Matahari      | Pengurangan FFA, Sabun, dan Phospholipid dengan <i>pretreatment</i> | Rejeksi FFA = 50%  | Pioch and Lague`ze (1996) |
| 3.  | Poliamid                       | Larutan Asam Lemak        | Pengurangan FFA dengan <i>pretreatment</i>                          | Rejeksi FFA = 75-84%   | Raman , dkk., (1996)      |
| 4.  | Selulosa                       | Minyak nabati             | Pengurangan FFA dengan <i>pretreatment</i>                          | -Rejeksi FFA 90%   | Keurentjes dkk (1992)     |
| 5.  | Polyether Sulfone (PES)        | Minyak Kelapa Sawit       | Pengurangan phosfolipid menggunakan <i>pretreatment</i>             | Rejeksi phospholipid = 95-97 %   | Garcia, dkk (2006)        |
| 6.  | Polyvinylidene Flouride (PVDF) | Minyak Biji Matahari      | Pengurangan phosfolipid menggunakan <i>pretreatment</i>             | Rejeksi phospholipid = 95%   | Pagliero, dkk (2004)      |
| 7.  | Polyether Sulfone (PES)        | Minyak kedelai            | Menentukan Fluks  | Fluks = 105 L/m <sup>2</sup> .jam  | Jonsson, dkk (2008)       |
| 8.  | Polyvinylidene Flouride (PVDF) | Minyak mentah nabati      | Pengurangan phospholipid menggunakan <i>Pretreatmen</i>             | Rejeksi phospholipid : 98%   | Ochoa , dkk (2001)        |
| 9.  | Polyvinylidene Flouride (PVDF) | Minyak sawit RBD          | Pengurangan Trigliserida  | Rejeksi Trigliserida = 66,13 %   | Hasyimah, dkk (2011)      |

Dari nilai rejeksi, dapat dilihat bahwa menggunakan material PVDF dengan tanpa bahan kimia (*pretreatment*) memiliki nilai rejeksi yang rendah yakni sekitar 5,93%, meskipun begitu, jika melihat sifat PVDF yang sangat hidrophobik (tidak suka air), sangat sesuai untuk proses pemisahan/pengurangan FFA dari minyak sawit mentah atau CPO yang juga memiliki sifat hidrofobik.

PVDF juga memiliki kestabilan termal yang baik, kekuatan mekanik yang baik, dan ketahanannya terhadap bahan kimia yang baik dibandingkan material lainnya. Dengan demikian, dalam penelitian ini akan menggunakan PVDF sebagai material asal membran.

## 2.7. Membran PVDF (Polyvinylidene Flouride)

PVDF telah digunakan pada banyak aplikasi yang menggunakan bahan kimia kuat (*harsh chemical*) sejak tahun 1964. Hal ini dikarenakan sifat kimia polimer PVDF yang inert (sangat stabil) sehingga sulit terjadi reaksi kimia. Dengan sulitnya terjadi reaksi kimia inilah yang mampu menambah waktu hidup membran dengan material asal PVDF ini lebih lama dibandingkan beberapa material polimer lainnya. PVDF biasanya digunakan untuk aplikasi yang membutuhkan kemurnian, kekuatan, daya tahan terhadap pelarut, asam, dan panas (Lovinger, 1981). Adapun struktur PVDF dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Struktur Polimer PVDF (Mulder, 1996)

Dengan struktur kimia seperti diatas, maka dapat ditampilkan pula sifat umum dari PVDF pada Tabel 2.14. PVDF merupakan material yang cukup penting dalam pembuatan membran ultrafiltrasi (UF) karena memiliki beberapa sifat yang unggul. Sifat tersebut akan ditampilkan pada Tabel 2.15.

Tabel 2.14. Sifat Umum PVDF (Lovinger, 1981)

| Sifat                          | Nilai                 |
|--------------------------------|-----------------------|
| Wujud                          | Padatan putih         |
| Kelarutan                      | Tidak larut dalam air |
| Elongation                     | 12 – 600%             |
| Kekuatan tarik                 | 21,0 – 57,0 MPa       |
| Modulus elastisitas            | 1380 – 55.200 MPa     |
| Temperatur transisi gelas (Tg) | -60 – -12°C           |
| Temperatur leleh (TM)          | 141 - 178°C           |

Tabel. 2.15. menjelaskan sifat PVDF yang cukup unggul sebagai polimer mulai dari sifat kristalinitasnya, kestabilan termal yang dimiliki, resistensi terhadap bahan kimia, dan dapat digunakan pada rentang pH yang cukup luas.

Tabel 2.15. Sifat PVDF yang Mendukung PVDF Sebagai Material Membran

| No. | Sifat                                     | Keterangan  | Pustaka   |
|-----|---|---|---|
| 1.  | Sifat Kristalin                           | PVDF memiliki sifat semikristalin. Kristalinitas tersebut mampu mengendalikan variabel berat molekul, distribusi berat molekul, metode polimerisasi, suhu, dan tingkat pendinginan. | Kirk dan Othmer (2000); (Roussel, dkk., 1992)               |
| 2.  | Kestabilan Termal                         | Kestabilan termal PVDF berasal dari atom Fluor yang memiliki elektronegativitas yang tinggi pada rantainya dan ikatan C-F memiliki energi disosiasi yang tinggi.                    | Madorsky (1964); Ochoa, dkk., (2001; Pagliero, dkk., (2004) |
| 3.  | Ketahanan terhadap bahan kimia            | Secara umum, PVDF memiliki ketahanan yang stabil terhadap banyak bahan kimia seperti halogen, oksidan, asam anorganik, dan pelarut klorinasi (contoh : larutan alkali).             | Nguyen (1985)   |
| 4.  | Dapat digunakan pada rentang pH yang luas | PVDF dapat digunakan pada rentang pH yang luas sehingga tidak membutuhkan pH tertentu dalam penggunaannya.  | O'Mahony dan Guibal (2002)                                  |



Keunggulan PVDF tersebut akan sangat menguntungkan pada aplikasi yang membutuhkan material membran dengan sifat tidak reaktif. Dengan sifat yang cukup unggul sebagai polimer, maka PVDF dapat digunakan sebagai material membran polimer untuk pemurnian minyak (Azmi, dkk., 2015; Pagliero, dkk., 2007).

#### **2.7.1. Teknik Pembuatan Membran PVDF**

Berikut studi literatur teknik pembuatan membran dalam aplikasi pemisahan air dan minyak yang ditampilkan dalam Tabel 2.16. Dari keenam teknik pembuatan membran PVDF yang dijelaskan pada Tabel. 2.16. dapat dilihat dari kelebihan dan kelemahan yang dimiliki, bahwa teknik pembuatan membran PVDF inversi fasa dengan metode presipitasi immersi (rendam endap) memiliki keunggulan dibandingkan teknik lainnya.

Keunggulan inversi fasa ini sesuai dengan hasil Lalia, dkk (2013) yang menyebutkan bahwa teknik pembuatan inversi fasa banyak digunakan dalam pembuatan membran PVDF dibandingkan teknik pembuatan lainnya, karena mampu mengontrol ukuran pori membran dan kinerjanya yang dihasilkan relatif baik. Salah satu teknik pembuatan inversi fasa yang sering digunakan yaitu presipitasi immersi yang lama digunakan, sedangkan metode TIPS baru dikembangkan beberapa tahun terakhir.

Perbandingan metode antara TIPS dan presipitasi immersi dapat dilihat dari hasil kinerjanya, yaitu hasil kinerja membran menggunakan metode presipitasi immersi masih unggul dalam beberapa hal dibandingkan menggunakan metode TIPS, antara lain: biaya yang relatif murah, mudah dimodifikasi dengan aditif lain, dari beberapa keunggulan yang dimiliki metode presipitasi immersi sehingga, dalam penelitian ini menggunakan teknik pembuatan membran PVDF inversi fasa dengan metode presipitasi rendam endap atau presipitasi immersi.

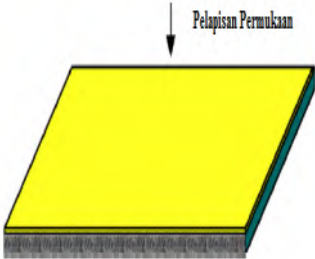
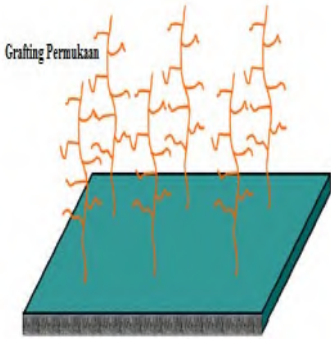
Tabel 2.16. Teknik Pembuatan Membran PVDF

| <b>Teknik Pembuatan</b>  | <b>Kelebihan</b>  | <b>Kekurangan</b>   | <b>Pustaka</b>            |
|--|---|---|---------------------------|
| Inversi Fasa<br>Metode Fabrikasi<br><u><b>Presipitasi imersi</b></u><br>Prinsip: Larutan dicetak dan dimasukkan dalam bak koagulasi.   | a. Distribusi ukuran partikel baik.<br>b. Termodinamika stabil.<br>c. Porositas tinggi.                                   | Kecenderungan penyumbatan masih cukup besar   | Teow, dkk. (2012)         |
| Inversi Fasa<br>Metode Fabrikasi<br><u><b>Thermally Induced Phase Separation</b></u><br>(TIPS)<br>Prinsip: Larutan cetak di-casting pada temperatur tinggi lalu didinginkan                                  | a. Struktur kristal bulat yang khas.<br>b. Porositas tinggi.<br>c. Distribusi ukuran pori baik, homogeny dan lebih kecil. | a. Pemilihan pelarut yang relatif sulit.<br>b. Dalam sintesis membutuhkan suhu tinggi.<br>c. Biaya sintesis relatif tinggi.   | Li, dkk. (2011)           |
| <u><b>Sintering</b></u><br>Prinsip: Tekanan dan termal pada suhu tinggi hingga partikel timbun pori.   | a. Stabilitas tinggi.<br>b. Anorganik dan organik bisa.<br>c. Proses mudah.<br>d. Biaya yang murah.                       | a. Untuk pembuatan membran MF.<br>b. Suhu tinggi.<br>c. Porositas rendah.<br>d. Kelarutan rendah.   | Georlette dan Leva (1984) |
| <u><b>Stretching</b></u><br>Prinsip: Penarikan polimer semikristalin searah dengan arah ekstruksi hingga bagian polimer sejajar dengan arah ekstruksinya dan terbentuklah pori membran.                      | a. Porositas membran yang dihasilkan relatif tinggi.<br>b. Kekuatan mekanik relatif tinggi.                               | a. Perlu material semikristalin kristalinitas tinggi.<br>b. Kekuatan mekanik rendah.<br>c. Teknik harus dikombinasi.<br>d. Harus menentukan arah ekstruksi.             | Li, dkk. (2011)           |
| <u><b>Track-etching</b></u><br>Prinsip: Penembakan film polimer dengan partikel radiasi berenergi tinggi pada arah tegak lurus hingga membentuk lintasan. Kemudian film dimasukkan dalam bak asam atau basa. | a. Membran berpori simetri.<br>b. Penembakan electron dapat diatur.<br>c. Membran yang dihasilkan dapat dimodifikasi.     | a. Biaya relatif mahal karena menggunakan partikel radiasi konsentrasi tinggi.<br>b. Waktu pembuatan relative lama.<br>c. Sifat porositas yang dimiliki relatif rendah. | Grasselli dan Betz (2005) |

### 2.7.2. Modifikasi Membran PVDF

Salah satu modifikasi membran secara fisika adalah modifikasi permukaan (*surface modification*). Modifikasi permukaan diklasifikasikan menjadi dua, yaitu pelapisan permukaan (*surface coating*) dan *grafting* permukaan (*grafting surface*). Adapun penjelasan antara pelapisan permukaan dan *grafting* permukaan dapat dilihat pada Tabel 2.17.

Tabel 2.17. Perbedaan Modifikasi Permukaan Pelapisan Permukaan dan *Grafting* Permukaan

| Jenis Modifikasi Permukaan                            | Gambar  | Keterangan   | Pustaka                              |
|---|---|--|--------------------------------------|
| Pelapisan permukaan ( <i>surface coating</i> )        |   | <ul style="list-style-type: none"> <li>- Cara mudah untuk meningkatkan sifat permukaan hidrofilik/hidrofobik dari membran PVDF melalui interaksi fisika tanpa terjadi ikatan kovalen.</li> <li>- Ikatan antara lapisan yang dilapisi dan membran PVDF dapat diimplementasikan melalui adsorpsi fisika, ikat silang (<i>crosslink</i>), dan sulfonasi.</li> </ul> | Liu, dkk (2011)                      |
| <i>Grafting</i> permukaan ( <i>grafting surface</i> ) |  | <ul style="list-style-type: none"> <li>- Meningkatkan sifat permukaan hidrofilik/hidrofobik melalui interaksi ikatan kovalen antara rantai yang di-<i>grafting</i> dan membran</li> <li>- Permukaan <i>grafting</i> dapat ditingkatkan dengan penyinaran photo UV, plasma, penyinaran energi tinggi dan polimerisasi.</li> </ul>                                 | Kato, dkk (2003);<br>Liu, dkk (2011) |

Dari Tabel 2.17. dapat terlihat bahwa pelapisan permukaan (*surface coating*) merupakan cara modifikasi membran PVDF yang mudah dilakukan, dikarenakan antara lapisan yang dilapisi dengan membran tidak terjadi ikatan kovalen hanya melalui interaksi fisika. Boributh, dkk (2009) berhasil melapiskan membran PVDF dengan larutan kitosan dan menghasilkan sifat – sifat anti penyumbatan (*fouling*) yang baik.

Xu, dkk (2005), berhasil melapiskan PVDF dengan polivinil alkohol (PVA) dan menghasilkan pemurnian yang baik untuk ekstrak Ginkgo Giloba dan juga, Azmi, dkk (2015) berhasil melapisi membran PVDF dengan PVA yang diikat silang dengan Glutaraldehyd pada minyak kasar kelapa sawit (CPO). Maka dari itu, peneliti tertarik melakukan modifikasi membran PVDF dengan cara pelapisan permukaan (*surface coating*).

## **2.8. Aplikasi Membran PVDF untuk Pemisahan Minyak Nabati**

Berikut studi literatur penelitian terdahulu mengenai pemisahan zat kotor pada minyak nabati menggunakan membran PVDF yang ditampilkan pada Tabel 2.18. Berdasarkan Tabel 2.18. terlihat bahwa PVDF dengan MWCO rendah (<600 kDa) sangat baik untuk pemisahan phospholipid dan asam lemak bebas (FFA) pada minyak nabati dan menghasilkan rejeksi 95% dan fluks 42, 21 l/m<sup>2</sup>.jam (Pagliero, dkk., 2001) dengan melakukan *pretreatment*.

Hasil penelitian Azmi, dkk (2015) berhasil memodifikasi PVDF dengan menggunakan MWCO rendah dengan cara mengikat silang dengan *polivinil alcohol* (PVA) yang bertujuan untuk meningkatkan interaksi antara permukaan membran dan molekul FFA serta mengurangi/menghilangkan FFA dari CPO tanpa melakukan *pretreatment* serta mengurangi sifat hidrofobik yang dimiliki membran PVDF. Namun, nilai rejeksi yang dihasilkan rendah begitu juga dengan fluksnya sehingga untuk dapat meningkatkan rejeksi dan fluks, PVDF perlu dimodifikasi dengan material pendukung yang dapat meningkatkan nilai rejeksi, fluks dan interaksi antara permukaan membran dan molekul FFA pada CPO dengan tanpa melakukan *pretreatment*.

Tabel 2.18. Studi Literatur Pemisahan Zat Kotor Pada Minyak Nabati Yang Sudah Menggunakan Membran PVDF

| No. | Material | Jenis Minyak                            | Hasil   | Proses        | MWCO (kDa) | Pustaka               |
|-----|----------|---|---|---------------|------------|-----------------------|
| 1.  | PVDF     | Minyak kedelai dan Minyak biji matahari | Rejeksi Phospholipid <i>Soybean</i> : >95%<br>Rejeksi Phospholipid bunga matahari : >95%<br>Fluks kedelai : 42,2 l/m <sup>2</sup> .h<br>Fluks <i>Sunflower</i> : 42,9 l/m <sup>2</sup> .h | Degumming     | <600       | Pagliero dkk (2007)   |
| 2.  | PVDF     | Minyak mentah nabati                    | Rejeksi phospholipid : 98%  | Degumming     | 200        | Ochoa , dkk (2001)    |
| 3.  | PVDF     | Minyak mentah kelapa sawit              | Rejeksi FFA = 5,93%<br>Fluks = 2,74 L/m <sup>2</sup> .h   | Deasidifikasi | 200        | Azmi, dkk (2015)      |
| 4.  | PVDF     | Minyak sawit RBD                        | Rejeksi Trigliserida = 66,13 %  | Deasidifikasi | 200        | Hasyimah , dkk (2011) |

## 2.9. Material Pendukung Untuk Pelapisan Permukaan PVDF

Berikut studi literatur penelitian terdahulu mengenai material pendukung untuk pelapisan permukaan membran PVDF yang ditampilkan pada Tabel 2.19.

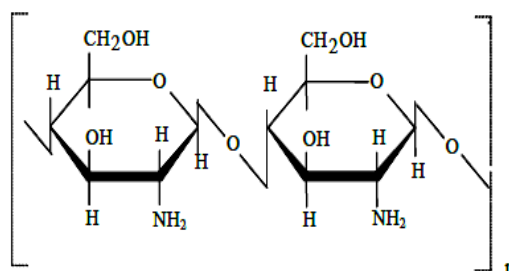
Berdasarkan Tabel 2.19. terlihat bahwa material pelapisan permukaan (*surface coating*) menggunakan kitosan menunjukkan nilai fluks pada membran lebih tinggi yaitu  $247 \pm 55$  L/m<sup>2</sup>.jam, hal ini menyatakan bahwa kitosan dapat mengurangi penyumbatan (*fouling*) dibandingkan dengan material pelapisan permukaan menggunakan PVA. Dikarenakan dapat mengurangi penyumbatan, maka peneliti tertarik untuk menggunakan material pelapisan permukaan menggunakan kitosan.

Tabel 2.19. Studi Literatur Material Pendukung Untuk Pelapisan Permukaan PVDF

| No | Membran             | Material Pelapisan Permukaan ( <i>surface coating</i> ) | Sifat                     | Fluks                                     | Rejeksi | Aplikasi                                    | Pustaka              |
|----|---------------------|---|---------------------------|---|---------|---|----------------------|
| 1. | Membran datar PVDF  | Kitosan   | Hidrofilik/<br>Hidrofobik | $247 \pm 55$<br>L/m <sup>2</sup> .<br>jam | -       | Mengurangi penyumbatan protein pada membran | Boributh, dkk (2009) |
| 2. | Serat berongga PVDF | PVA   | Hidrofilik                | 1,64<br>Kg/m <sup>2</sup> .<br>jam        | -       | Memisahkan minyak dari jus jeruk            | Chanacha ,dkk (2010) |
| 3. | Serat berongga PVDF | PVA   | Hidrofilik                | 2,73<br>L/m <sup>2</sup> .<br>jam         | 5,93 %  | Mengurangi FFA dari CPO                     | Azmi, dkk (2015)     |

## 2.10. Kitosan

Kitosan merupakan turunan N-deasetilasi dari kitin. Kitin merupakan polisakarida alam yang tersebar secara luas diantara invertebrate laut dan darat, seperti pada cangkang kepiting atau udang. Kitin terdiri dari 2-asetamida-2-deoksi- $\beta$ -D-glukosa melalui sebuah ikatan  $\beta$  (1-4). Deasetilasi kitin dapat membentuk kitosan, sebuah polisakarida nitrogen yang terdiri dari unit ulang  $\beta$ -(1-4)-2-amino-2-deoksi-D-glukopiranososa yang strukturnya dijelaskan pada Gambar 2.7. berikut,



Gambar 2.7. Struktur Kitosan (Muzarelli, 1993)

Kitosan memiliki potensi yang besar dalam berbagai bidang. Dalam bidang pertanian, kitosan dapat digunakan untuk memicu pertumbuhan tanaman pembungkus benih dan nutrisi tanah. Sedangkan dalam pengolahan air dan limbah, kitosan dapat digunakan sebagai flokulan dalam proses penjernihan air dan

penghilangan bau. Selain itu, kitosan juga dapat digunakan sebagai serat penurun lemak dan kolesterol dalam teknologi pangan serta terdapat beberapa potensi lainnya dalam bidang farmasi dan kosmetik (Rinaudo, 2006).

Gugus amino merupakan sisi aktif dari kitosan, oleh karena itu kitosan sering digunakan sebagai adsorben. Kitosan memiliki kemampuan untuk mengadsorb logam berat karena gugus amino dan hidroksi dari kitosan mampu memberikan pasangan elektron bebas. Disamping itu, kitosan juga memiliki kemampuan untuk mengikat sejumlah molekul seperti trigliserida, kolesterol, dan asam lemak pada gugus amino atau hidroksinya (Morganti, dkk., 2011; Shelma and sharma, 2011).

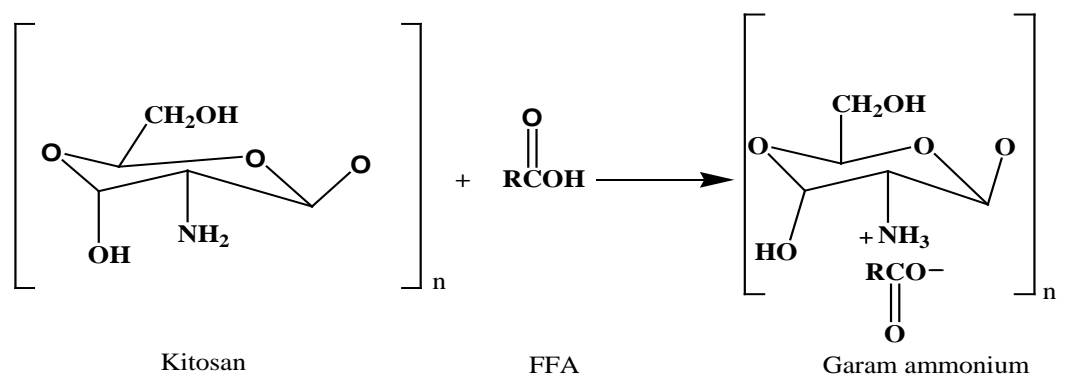
Kitosan memiliki berat molekul rendah, sedang dan tinggi. Ini diperoleh berdasarkan sumber material kitinnya dan metode preparasinya (Muzarelli, 1993). Berdasarkan penelitian Fauzan (1998) telah menggunakan kitosan dengan berat molekul sedang untuk menyerap FFA dalam minyak goreng, dengan hasil 70% FFA berkurang. Menurut Cheung, dkk (2008), kitosan ukuran nanopartikel mempunyai daya adsorpsi yang tinggi jika dibandingkan dengan kitosan biasa. Beberapa penelitian menggunakan kitosan dalam proses pemisahan minyak, dapat diperlihatkan pada Tabel 2.20.

Tabel 2.20. Beberapa Penelitian Menggunakan Kitosan Dalam Proses Pemisahan Minyak

| No. | Material              | Jenis Minyak                              | Pemisahan             | Aplikasi | Hasil                              | Pustaka                   |
|-----|-----------------------|---|-----------------------|----------|------------------------------------|---------------------------|
| 1.  | Kitosan               | Minyak Kasar ikan lele ( <i>Catfish</i> ) | FFA                   | Adsorbsi | Kapasitas Adsorbsi FFA : 71,2 mg/g | Sathivel, dkk (2004)      |
| 2.  | Kitosan               | Minyak Nabati                             | Lemak dan Karbohidrat | Adsorbsi | -                                  | Pereda, dkk (2012)        |
| 3.  | Kitosan Nano Partikel | Minyak Goreng Curah                       | FFA                   | Adsorbsi | Daya serap FFA : 64%               | Radna (2010)              |
| 4.  | Kitosan               | Minyak ikan Salmon                        | FFA                   | Adsorbsi | Daya serap FFA: 40%                | Huang dan Sathivel (2010) |

Kitosan mampu mengadsorpsi asam lemak bebas pada minyak kemiri Sunan karena kitosan memiliki gugus  $\text{NH}_2$  yang merupakan amino sedangkan asam lemak merupakan asam karboksilat dengan rantai karbon yang panjang sehingga

reaksi kimia antara kitosan dan asam lemak menghasilkan garam ammonium (Malik, 2013). Reaksi kimia kitosan dengan asam lemak bebas dapat dijelaskan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.8. Reaksi Kimia Kitosan dengan Asam Lemak Bebas (FFA) (Malik, 2013)

### 2.10.1. Karakteristik Kitosan

Kitosan nanopartikel adalah yang terkecil dari kitosan itu sendiri yang diproses dengan metode (Shan dan Hu, 2007). Kitosan memiliki berat molekul yang tinggi. Berat molekul dari kitosan bervariasi berdasarkan sumber materialnya dan metode preparasinya. Kitosan memiliki reaktivitas yang tinggi untuk penyerapan ion dengan beberapa mekanisme :

- a. Kandungan yang tinggi pada gugus – OH dan NH<sub>2</sub>, membuatnya menjadi polimer yang hidrofobik dan hidrofilik dan memberikan efek khelasi
- b. Kandungan gugus amina primer dengan aktivitas tinggi
- c. Kelompok amina dapat mengikat logam kationik, sehingga membuatnya menjadi sepasang elektron (Guibal, 2005).

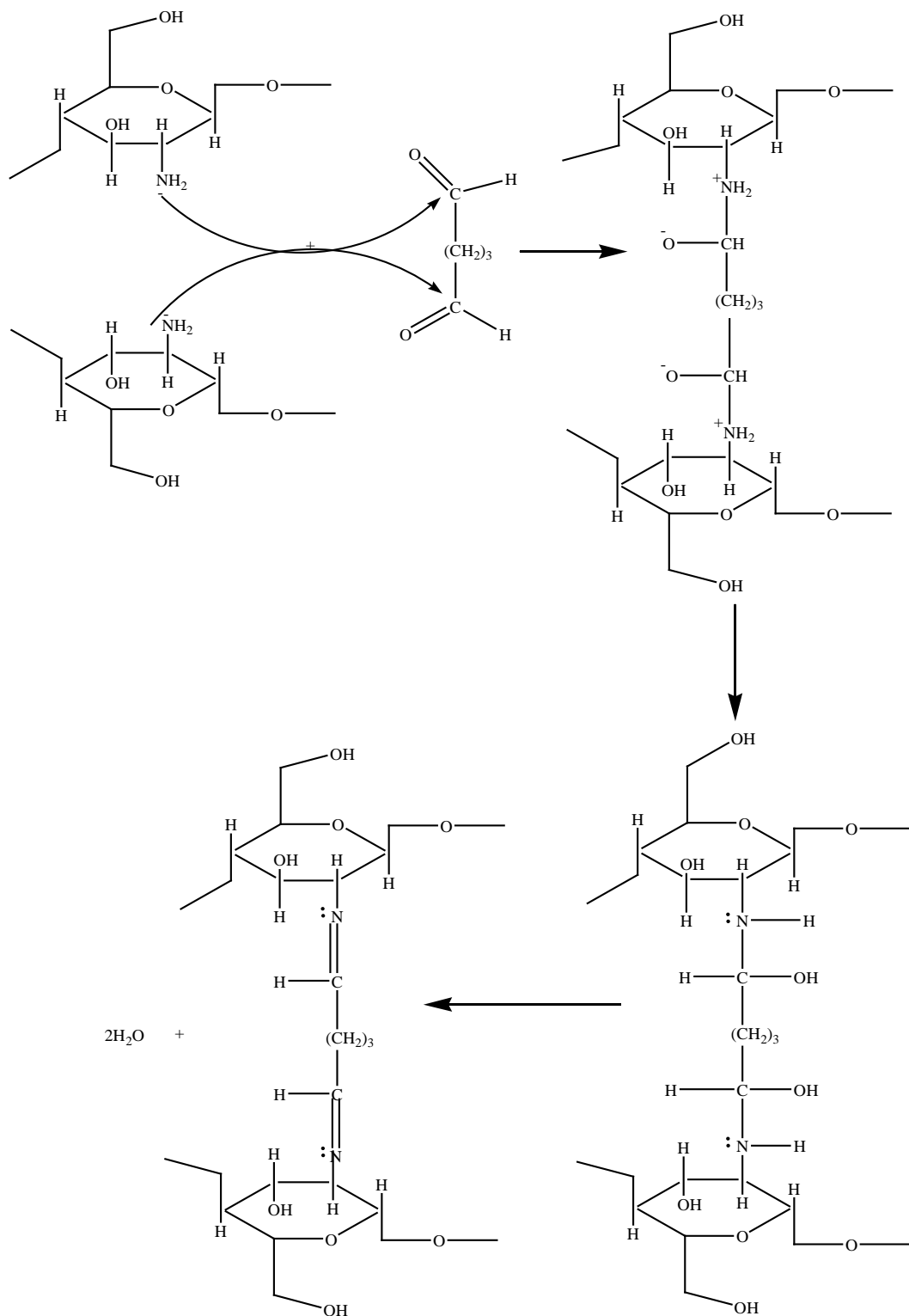
### 2.10.2. Modifikasi Material Pendukung Kitosan



Kitosan mempunyai dua gugus hidroksi dan amina yang dapat dimodifikasi secara kimia ke dalam banyak bentuk. Kitosan memiliki kemampuan adsorpsi yang tinggi dalam menyerap asam lemak bebas, namun struktur kitosan kurang stabil ketika proses berlangsung sehingga perlu memodifikasinya dengan cara mengikat silangnya dengan *agent crosslink* (agen ikat silang) yang sesuai. Adapun agen - agen ikat silang adalah glutaraldehid (GA), formaldehid (FA), Asetal dehid (AA), dan lain-lain. Dengan terbentuknya ikatan silang pada kitosan, menyebabkan struktur kitosan lebih stabil atau tidak mudah rusak untuk menjadi adsorben suatu zat dalam kondisi ekstrim (asam atau basa pekat).

Ikatan silang pada kitosan dapat terjadi pada gugus amina dan gugus hidroksil, serta pada gugus amina atau gugus hidroksil saja sesuai kebutuhannya berdasarkan sifat zat yang akan di adsorpsi (Fang dan Hu, 1999). Glutaraldehid (GA) telah banyak digunakan sebagai agen ikat silang yang membentuk basa *Sciff* ketika bereaksi dengan kitosan (Wang, dkk., 1998). Mekanisme reaksi kitosan dengan glutaraldehid (GA) dapat dilihat pada Gambar 2.9.

Muthoharoh (2012) menghasilkan kitosan terikat silang dengan glutaraldehid persen derajat ikat silang paling tinggi, yakni hingga mencapai 91% dibandingkan terikat silang dengan formaldehid sebesar 72,5% dan asetaldehid sebesar 38%. Besar dan kecil persen derajat ikat silang mempengaruhi daya adsorpsi. Maka dari itu, peneliti memilih glutaraldehid sebagai agen ikat silang yang baik dalam memperkuat struktur dan daya adsorpsi pada kitosan sehingga diharapkan dapat mengurangi asam lemak bebas atau FFA pada CPO, sehingga layak digunakan sebagai minyak makan dan juga diharapkan dapat mengurangi *fouling* serta meningkatkan fluks.



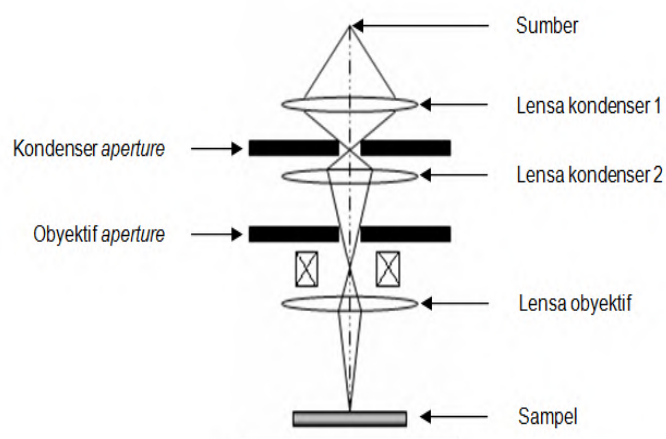
Gambar 2.9. Proses *Crosslink* (Ikat Silang) Kitosan dengan Glutaraldehid (Gonçalves, dkk., 2005)

## 2.11. Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan Terikat Silang Glutaraldehyd

Karakterisasi dan uji efektivitas kinerja membran dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui sifat fisik dan hasil kinerja membran dalam melakukan fungsinya secara optimal sesuai yang diinginkan. Adapun kriteria penting dalam menentukan kualitas membran dapat dilihat dari parameter kinerja yang meliputi : uji sudut kontak (*Contact Angle Goniometer*), sifat mekanik (uji tarik), uji porositas membran, *mwco*, *pure water flux*, karakterisasi membran SEM, AFM, FE-SEM, FT-IR, DSC/TGA, fluks dan rejeksi, serta analisis asam menggunakan metode titrasi. Berikut penjelasan karakterisasi yang dilakukan untuk membran serat berongga PVDF terikat silang kitosan dan glutaraldehyd.

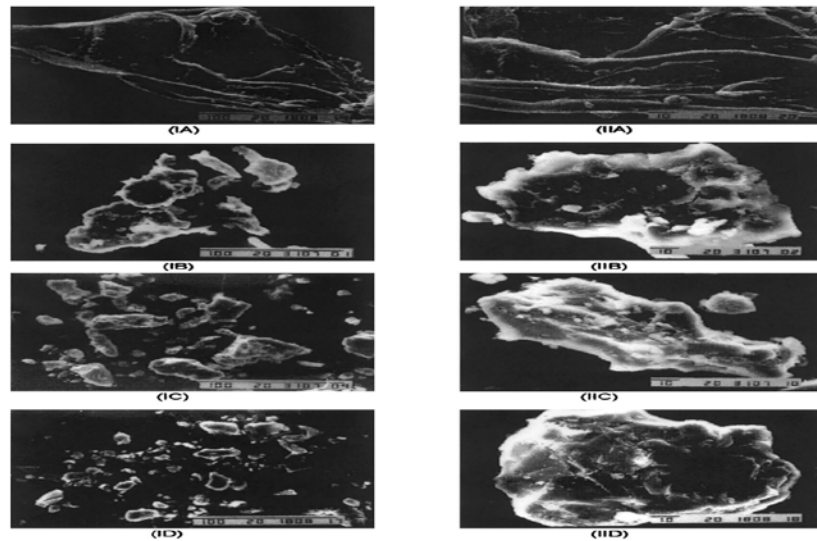
### 2.11.1. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

SEM digunakan untuk karakterisasi morfologi membran serat berongga. Pada SEM, gambar dibentuk oleh berkas elektron yang sangat halus yang difokuskan pada permukaan material. Berkas elektron berasal dari filamen yang dialiri listrik yang umumnya terbuat dari Tungsten. Adapun proses SEM dapat dilihat pada gambar 2.10.



Gambar 2.10. Komponen SEM (Miyake dkk., 2008)

Karakterisasi morfologi dilakukan untuk membran PVDF sebelum aplikasi. Dengan demikian, akan dapat diketahui morfologi membran serat berongga PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid. Morfologi kitosan terikat silang glutaraldehid dapat dilihat pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11. Gambar SEM (B, C, dan D) untuk kitosan diikat silang dengan glutaraldehid (Monteiro, dkk., 1999).

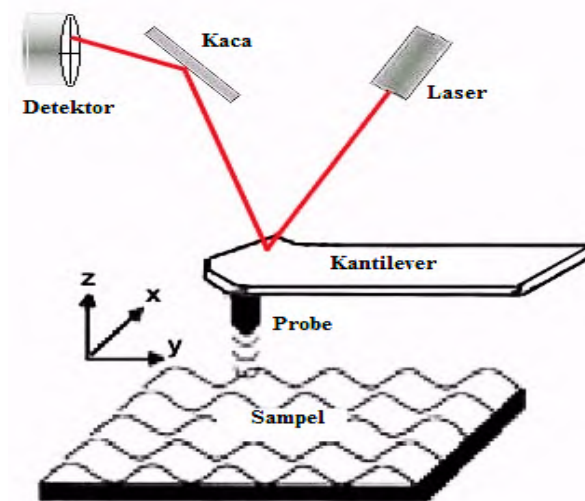
### 2.11.2. FE-SEM (*Field Emission Scanning Electron Microscopy*)

Analisa FE – SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi membran setelah aplikasi sehingga dapat mengetahui penyebab penyumbatan (*fouling*) yang terjadi pada membran serat berongga yang disebabkan oleh (CPO). Sampel membran tidak perlu *dicoating* yang merupakan kelebihan dari FE-SEM, hal ini dikarenakan sumber berkas elektron berasal dari *field emission*, sehingga FE-SEM disebut juga sebagai katoda dingin.

### 2.11.3. AFM (*Atomic Force Microscopy*)

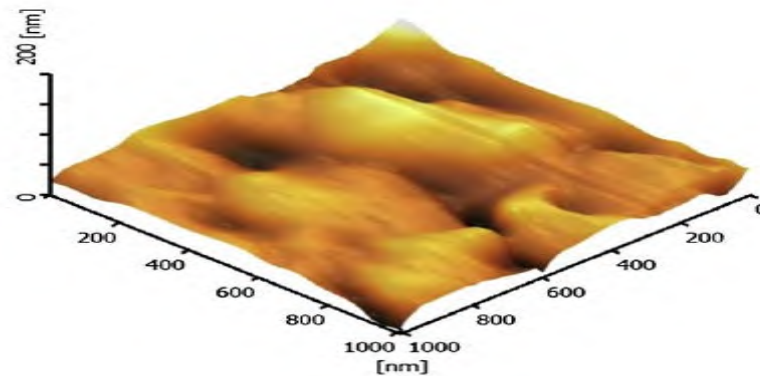
AFM digunakan untuk mengkarakterisasi struktur dan kekasaran hingga pada kedalaman suatu material tertentu. Gambar dihasilkan oleh mikroskop

Nanoscope IIIA, dari *instrument digital, mode tapping*. Permukaan di scan untuk tiap – tiap gambar yang dipilih untuk mengetahui pinggir-pinggir sepanjang pori dengan besarnya jumlah pori untuk memastikan adanya hubungan secara statistik. Gambar dihasilkan pada suhu ruangan dengan Nanoprobe <sup>TM</sup> (Instrumen digital yang berlabelkan registrasi) yang dihasilkan oleh *tapping tips* yang berasal dari goresan silikon yang mempunyai rasio yang dapat mencegah atau meminimalisasi kekusutan dari bentuk *tip* oleh permukaan membran sehingga dihasilkan gambar 3 dimensi yang telah dianalisa menggunakan *software* The jandel®ScanPro (Versi 3.00.0030).



Gambar 2.11. Komponen AFM (Edwardson dan Henderson, 2004)

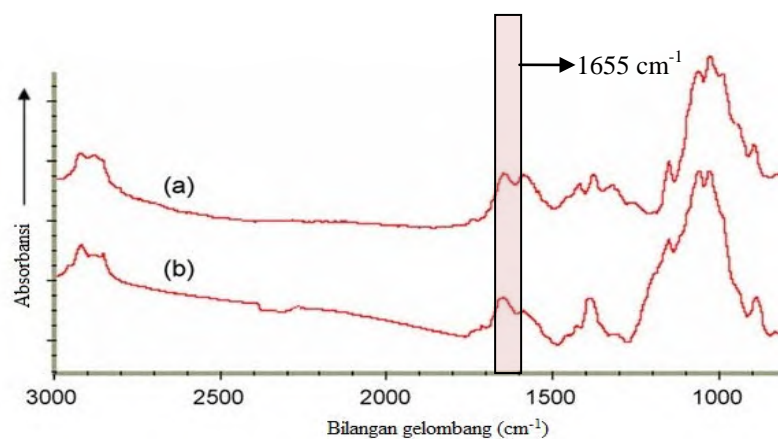
Dengan demikian akan diketahui topografi membran serat berongga PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid yang ditampilkan dalam gambar 3 dimensi. Topografi membran serat berongga PVDF dapat dilihat pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12. Topografi membran serat berongga PVDF menggunakan AFM (Azmi, dkk., 2015)

#### 2.11.4. FT-IR (*Fourier Transform – Infra Red*)

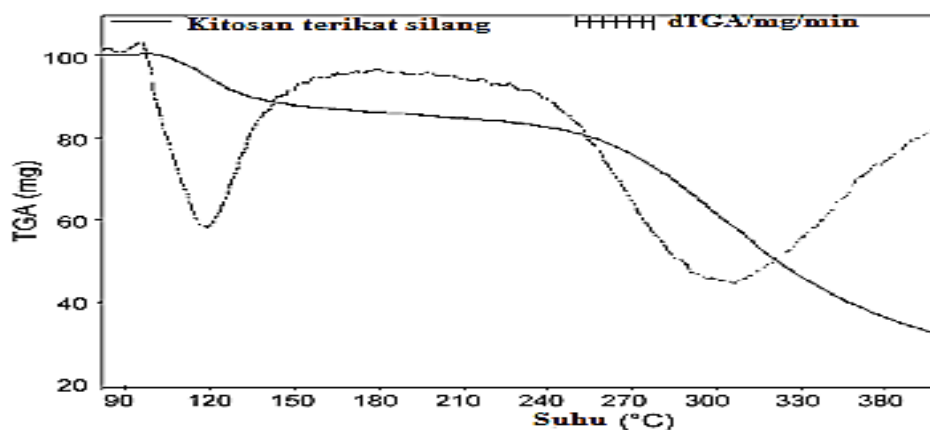
Analisa dengan FT-IR dipreparasi dengan 1 helai membran serat berongga PVDF terikat silang kitosan dan glutaraldehyd kemudian dianalisis dengan FT-IR. Berikut spectrum FT-IR yang dihasilkan oleh kitosan ikat silang dengan glutaraldehyd, maka sampel yang akan dianalisis FT-IR dapat diamati pada bilangan  $1655\text{ cm}^{-1}$  yang menandakan adanya ikatan amina antara kitosan dengan glutaraldehyd. Spektra kitosan terikat silang glutaraldehyd dapat dilihat pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13. Spektrum FT-IR (b) untuk Kitosan Ikat Silang Glutaraldehyd (Beppu dkk., 2007)

#### 2.11.5. DSC/TGA (*Differential Scanning Calorimetry/Thermo Gravimetric Analyzer*)

DSC dilakukan untuk menganalisis senyawa yang terurai secara eksotermis atau endotermis. Pada DSC, energi yang diperlukan untuk membuat perbedaan suhu antara sampel dan pembanding mendekati nol diukur dan dianalisis pada suhu yang sama dalam lingkungan panas atau dingin dengan kecepatan yang teratur. Sedangkan untuk TGA dilakukan untuk mengukur berkurangnya massa membran ketika dipanaskan secara kontinyu dari suhu kamar sampai suhu tinggi, sehingga dapat diketahui suhu pada saat membran mengalami penurunan massa yang cukup signifikan. Penurunan massa terjadi di suhu 100°C dan 300°C. Ini mengindikasikan bahwa kitosan akan berubah sifatnya dari hidrofilik menjadi hidrofobik setelah diikat silang dengan glutaraldehid. Kurva TGA kitosan terikat silang glutaraldehid dapat dilihat pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14. Kurva TGA (Beppu dkk., 2007)

#### 2.11.6. Uji Sudut Kontak

Suatu cairan atau gas jika dipaparkan pada benda padat, maka akan terjadi kontak antara satu dengan lainnya. Adapun ukuran untuk menentukan seberapa besar daya kontak antara cairan dengan benda padat tersebut digambarkan melalui sudut kontak (*contact angle*). Sudut kontak menggambarkan interaksi antara cairan dengan permukaan benda padat yang dapat diketahui melalui bentuk *fluida* yang

berada di permukaan benda padat. Alat yang digunakan untuk menentukan sudut kontak ini salah satunya adalah *Contact Angle Goniometer*. Adapun skema dari sudut kontak tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.15.



Gambar 2.15. Skema Representatif Sudut Kontak Cairan Pada Permukaan (Wenten (2001) dan Mulder (1996))

Besaran sudut kontak ( $\theta$ ) digunakan untuk mengetahui seberapa besar suatu cairan membasahi permukaan benda padat. Jika sudut kontak besar ( $>90^\circ$ ), maka pembasahan yang terjadi tidak baik karena menunjukkan sedikit sekali permukaan yang terbasahi. Sedangkan jika nilai sudut kontak kecil ( $<90^\circ$ ), maka pembasahan yang terjadi sangat baik. Adapun jika nilai sudut kontak sangat kecil ( $0^\circ$ ), maka pembasahan yang terjadi dikatakan sempurna.

## 2.12. Uji Kinerja Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan dan Pengikat Silang Glutaraldehid

### 2.12.1. Uji Porositas Membran

Uji porositas dilakukan untuk mengetahui banyaknya zat atau komponen yang bisa diserap oleh membran. Uji porositas biasanya dilakukan terhadap air, jadi dapat diketahui besarnya air yang dapat diserap oleh membran. Cara yang dilakukan untuk melakukan uji porositas yaitu dengan merendam membran dalam air selama 6 jam pada suhu kamar, kemudian membran ditimbang. Setelah itu membran dikeringkan dalam oven vakum pada suhu  $40^\circ\text{C}$  selama 6 jam sampai benar-benar kering selanjutnya ditimbang.

Adapun besarnya porositas membran dapat dihitung menggunakan rumus pada Persamaan (2.1) (Irfan, dkk (2014))



$$\% \text{ Porositas } (\%) = \frac{W_E - W_K}{\rho_w \cdot V_{neat}} \quad (2.1)$$

Dengan:

- $W_{\text{basah}}$  : Berat membran yang terserap oleh air,
- $W_{\text{kering}}$  : Berat membran yang telah dikeringkan
- $\rho_w$  : Massa jenis air ( $\text{kg/m}^3$ )
- $V_{\text{neat}}$  : Volume bersih membran *hollow fiber*

### 2.12.2. Penentuan *Molecular Weight Cut Off (MWCO)*

MWCO adalah ukuran dari karakteristik pemisahan dari suatu membran dalam istilah berat atom (massa), sebagai ukuran pori dari membran, dimana satuan yang digunakan adalah Da (Dalton) yang setara dengan g/mol. Perhitungan MWCO dapat di rumuskan pada Persamaan (2.2) (Azmi, dkk (2015))

$$R_{\text{Solute}} = 1 - \frac{C_p}{C_f} \times 100\% \quad (2.2)$$

Dengan:

- R = koefisien rejeksi (%),
- $C_p$  = konsentrasi zat terlarut dalam permeat (ppm),
- $C_f$  = konsentrasi zat terlarut dalam umpan (ppm)

### 2.12.3. Penentuan Fluks Menggunakan Air (*Pure Water Flux*)

Penentuan fluks menggunakan air bertujuan untuk mengetahui sifat hidrophobik dan hidrofilik membran hingga pada bagian dalam (*lumen*) pada membran serat berongga yang terikat silang. Perhitungan fluks menggunakan air dapat di rumuskan pada Persamaan (2.3) (Azmi, dkk (2015))

$$\text{Fluks (J)} = \frac{V_{\text{permeat}} (L)}{A (m^2) \times t (jam)} \quad (2.3)$$

Dengan:

- J = fluks ( $\text{L/m}^2 \cdot \text{jam}$ ),
- A = luas permukaan membran ( $\text{m}^2$ ),
- t = waktu (jam)

### 2.12.3. Analisa Kadar FFA Skala Laboratorium

Menentukan kadar asam lemak bebas dari CPO dapat menggunakan metode titrasi, adapun rumus perhitungan kadar FFA dapat dilihat pada Persamaan (2.4) (Azmi, dkk (2015))

$$\text{Kadar FFA} = \frac{\text{BM As.Palmitat} \times \text{Normalitas (N)} \times \text{Volume titrasi (ml)}}{\text{Berat sampel CPO (g)}} \quad (2.4)$$

Dengan: BM As. Palmitat = berat molekul asam palmitat (g/mol)  
N = normalitas (N)  
Volume titrasi = volume titrasi (ml)  
Berat sampel CPO = berat sampel CPO (g)

### 2.12.4. Fluks dan Rejeksi

Fluks dan rejeksi merupakan penentuan kinerja membran dari aplikasinya sebagai lapisan pemisah yang selektif. Fluks, biasanya disebut juga dengan permeabilitas, didefinisikan sebagai jumlah volume permeat yang melewati membran per satuan luas per satuan waktu. Harga fluks ditentukan dengan rumus pada Persamaan (2.5) (Azmi, dkk (2015))

$$J = \frac{V}{A \times t} \quad (2.5)$$

Dengan: J = fluks (L/m<sup>2</sup>.jam),  
A = luas permukaan membran (m<sup>2</sup>),  
t = waktu (jam)

Sedangkan rejeksi, biasanya disebut perselektivitas, merupakan kemampuan membran untuk meloloskan spesi tertentu dan menahan spesi yang lain. Rejeksi (R) menunjukkan harga fraksi konsentrasi zat terlarut yang tertahan oleh membran yang dapat dihitung dengan rumus pada Persamaan (2.6) (Azmi, dkk (2015))

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100\% \quad (2.6)$$

Dengan: R = koefisien rejeksi (%),  
 $C_p$  = konsentrasi zat terlarut dalam permeat (ppm),  
 $C_f$  = konsentrasi zat terlarut dalam umpan (ppm)

#### 2.12.6. Uji Tarik

Uji tarik merupakan uji sifat mekanik membran yang menunjukkan ukuran kekuatan suatu bahan, yang meliputi tegangan (*stress*), regangan (*strain*), dan *Modulus Young* yang akan dijelaskan yaitu: (1) Tegangan (*Stress*), Tegangan ( $\sigma$ ) didefinisikan sebagai besarnya gaya (F) dengan satuan Newton (N) dibagi dengan luas penampang (A) dengan satuan  $m^2$ , (2) Regangan (*Strain*), didefinisikan perubahan relatif bentuk suatu bahan yang mengalami tegangan. Regangan ( $\epsilon$ ) akibat tarikan pada bahan didefinisikan sebagai pertambahan panjang ( $\Delta l$ ) dengan satuan meter terhadap panjang awal ( $l_0$ ) dengan satuan meter (3) *Modulus Young* adalah perbandingan antara *stress* dan *strain*. *Modulus Young* (E) juga merupakan kemiringan dari kurva tegangan-regangan sebelum tercapai hasil tegangan. Adapun penentuan tegangan, regangan dan *modulus young* ini dapat ditentukan dengan rumus pada Persamaan (2.7), (2.8), dan (2.9) (Azmi, dkk (2015)).

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (2.7)$$

Dengan: F = besarnya gaya (Newton)  
A = luas penampang ( $m^2$ )

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2.8)$$

Dengan:  $\Delta l$  = pertambahan panjang (m)  
 $l_0$  = panjang awal (m)

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (2.9)$$

Dengan:  $\sigma$  = tegangan  
 $\epsilon$  = regangan

***“Halaman Sengaja Dikosongkan”***

## BAB 3

### METODOLOGI

#### 3.1. Alat dan Bahan

##### 3.1.1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri atas 4 kelompok kerja: (1) Peralatan untuk preparasi membran serat berongga PVDF terikat silang kitosan dan glutaraldehyd antara lain: botol larutan pencetak (*dope*) dan tutupnya, pengaduk, motor pengaduk, *hot plate*, gelas beker, gelas ukur 10 mL, gelas ukur 1000 mL, pipet ukur 10 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 2 mL, erlemeyer 250 mL dan 500 mL, bola hisap, erlenmeyer, spatula, neraca analitik, oven, *magnetic stirrer*, alat *spinning*, bak plastik, plastik klip, *stopwatch* dan botol sampel; (2) Peralatan untuk uji reaktor membran filtrasi skala laboratorium sistem *dead-end refining Crude Palm Oil* yaitu terdiri atas: Tangki umpan yang terbuat dari besi baja, pengendali suhu, tangki gas nitrogen, tempat membran terbuat dari besi, saluran permeat terbuat dari besi, penutup saluran gas nitrogen terbuat dari besi, tabung PVC sebagai modul, dan gelas beker tempat permeat (3) Peralatan untuk karakterisasi membran menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*), FE-SEM (*Field Emission - Scanning Electron Microscopy*), AFM (*Atomic Force Microscopy*), uji tarik, *water permeation (UF) hollow fiber system*, sudut kontak (*contact angle*), porositas, Penentuan MWCO menggunakan *water permeation (UF) hollow fiber system*, FT-IR (*Fourier Transform – Infra Red*), dan DSC-TGA (4) Peralatan untuk analisis Kadar FFA skala laboratorium menggunakan metode titrasi.

##### 3.1.2. Bahan

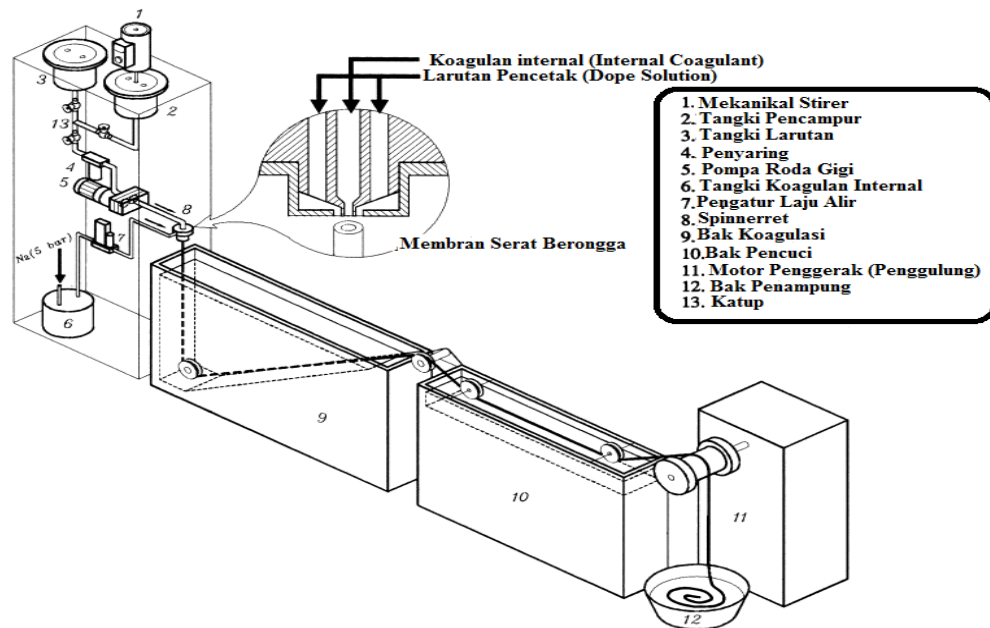
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: PVDF (Polivinilidida florida) Kynar ®740 (MWCO=200 kDa) dari Arkema Inc. Philadelphia, N-metil-2pirolidone (NMP), Etilen glikol (EG), Kitosan (Berat

molekular 50.000 Da, 85% deaselsi), Glutaraldehida (GA) (Grade II, 25%), CPO Sime Durby (Malaysia), Asam asetat, Air biasa/ledeng, epoksi (resin dan *hardener*), etanol, NaOH (pellet), Indikator Phenolptalein (PP), PEG (Berat molekul 3.400 Dalton), kalium hidroksida (KOH), kalium hydrogen phatalat (KHP), isopropil alkohol (IPA), Bovine Serum Albumin (BSA) yang berasal dari putih telur ayam, (Berat molekul 45.000 Dalton), akuades dan akuademin.

### **3.2. Prosedur Kerja**

#### **3.2.1. Preparasi Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan dan Pengikat Silang Glutaldehid**

Preparasi Membran serat berongga PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid pada penelitian ini dilakukan berdasarkan metode yang dilaporkan oleh Azmi, dkk (2015) dan Ong, dkk (2013). Metode preparasi ini dimulai dengan persiapan larutan cetak (*dope*) yaitu menyiapkan 18%/PVDF/76% NMP/6% EG (% berat). PVDF yang masih dalam bentuk pelet 18% (% berat) pertama kali dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 5 jam sampai kandungan air teruapkan sempurna. PVDF yang telah dikeringkan kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan NMP 76% (% berat) dalam botol reaksi, dicampur dan kemudian di aduk pada suhu 60°C dengan kecepatan 600 rpm. Larutan EG 6% (% berat) yang bertindak sebagai aditif ditambahkan sedikit demi sedikit pada larutan PVDF dan NMP hingga homogen. Setelah itu larutan cetak (*dope*) di ultrasonikasi selama 1 jam, kemudian didiamkan di dalam oven dengan suhu 50°C (24 jam) untuk mengurangi gelembung (*bubble*) pada larutan pencetak (*dope*). Selanjutnya larutan dicetak dengan metode *dry – jet spinning* untuk fabrikasi membran serat berongga. Gambar proses fabrikasi membran PVDF untuk menghasilkan membran dengan modul serat berongga dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Proses *Dry – Jet Spinning* (Mulder, 1996)

Dari skema tersebut dapat dilihat bahwa larutan cetak (*dope*), dipompa melalui *spinneret*. Sebelum memasuki *spinneret*, larutan akan disaring melalui *filter pack*. Setelah melewati *spinneret*, larutan direndam dengan air biasa dalam bak koagulasi selama 24 jam dalam suhu ruang sebelum membran di rendam dalam larutan etanol dengan kadar 50 dan 100% masing-masing selama 1 jam, hingga membentuk membran serat atau *fiber* yang diinginkan kemudian dikeringkan. Kondisi detail dalam proses *spinning* ini, ditunjukkan dalam Tabel 3.1. Pembuatan larutan kitosan terikat silang glutaraldehyd (GA), dimulai dengan melarutkan kitosan dalam asam asetat 2% sebanyak 40 mL, di aduk hingga homogen. Kemudian massa kitosan divariasi yakni 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, dan 0,5 gram. 5 mL Glutaraldehyd (GA) ditambahkan kedalam masing-masing variasi konsentrasi kitosan dan di aduk hingga homogen. Setelah itu, membran serat berongga direndam ke dalam masing-masing konsentrasi kitosan-glutaraldehyd selama 30 menit pada suhu ruang.

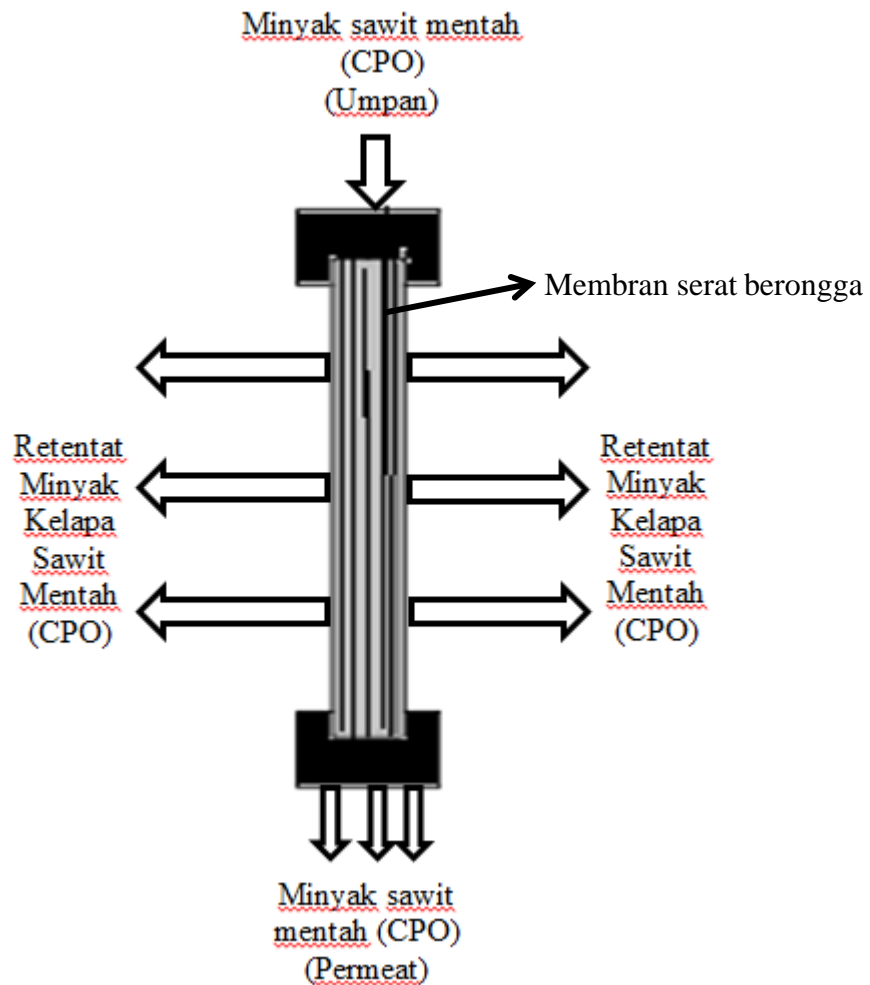
**Tabel 3.1. Kondisi *Spinning* Serat Berongga**

| Parameter <i>Spinning</i>                     | Nilai                    | Pustaka          |
|---|--------------------------|------------------|
| Diameter luar/diameter dalam <i>spinneret</i> | 1,15/0,55 mm/mm          | Azmi, dkk (2015) |
| Tingkat alir larutan dop                      | 7,2 cm <sup>3</sup> /min |                  |
| <i>Bore fluid rate</i>                        | 2,2 cm <sup>3</sup> /min |                  |
| <i>Bore fluid temperature</i>                 | 27°C                     |                  |
| Jarak celah udara                             | 10 cm                    |                  |
| Koagulan eksternal                            | Tap water                |                  |
| Suhu koagulan                                 | 27°C                     |                  |
| Kecepatan <i>drum wind-up</i>                 | 18,3 cm/s                |                  |

Setelah 30 menit diangkat kemudian dikeringkan pada suhu ruang selama 24 jam, selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu 45, 50, 55 °C , masing-masing selama 1 jam, dan pada suhu 60°C selama 2 jam untuk melengkapi proses ikat silang (*crosslink*). Membran serat berongga kemudian di rendam dengan larutan etanol 50% dan larutan NaOH 1 M sebanyak 2 mL selama 1 jam. Perendaman ini bertujuan untuk menetralisasi asam asetat dan mengubah kitosan asetat menjadi kitosan. Setelah perendaman, membran kemudian dibilas dengan air destilat sebanyak 2 kali, setelah itu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam (Chanachai, dkk., 2010).

Sebanyak 50 buah membran serat berongga dengan panjang masing-masing 52 cm, dimasukkan menjadi satu dalam tabung PVC menggunakan resin epoksi. Kemudian modul dibiarkan selama 24 jam pada suhu kamar agar membran serat berongga di dalamnya mengeras. Setelah mengeras, membran serat berongga yang terdapat pada bagian bawah dipotong dan apabila terdapat lubang membran yang masih tertutup dapat dibuka menggunakan jarum. Akhirnya, membran serat berongga dalam tabung PVC dimasukkan dalam seperangkat alat skala lab dengan sistem *dead-end* (Azmi, dkk., 2015). Adapun modul dan proses membran serat berongga dapat dilihat pada Gambar 3.2.





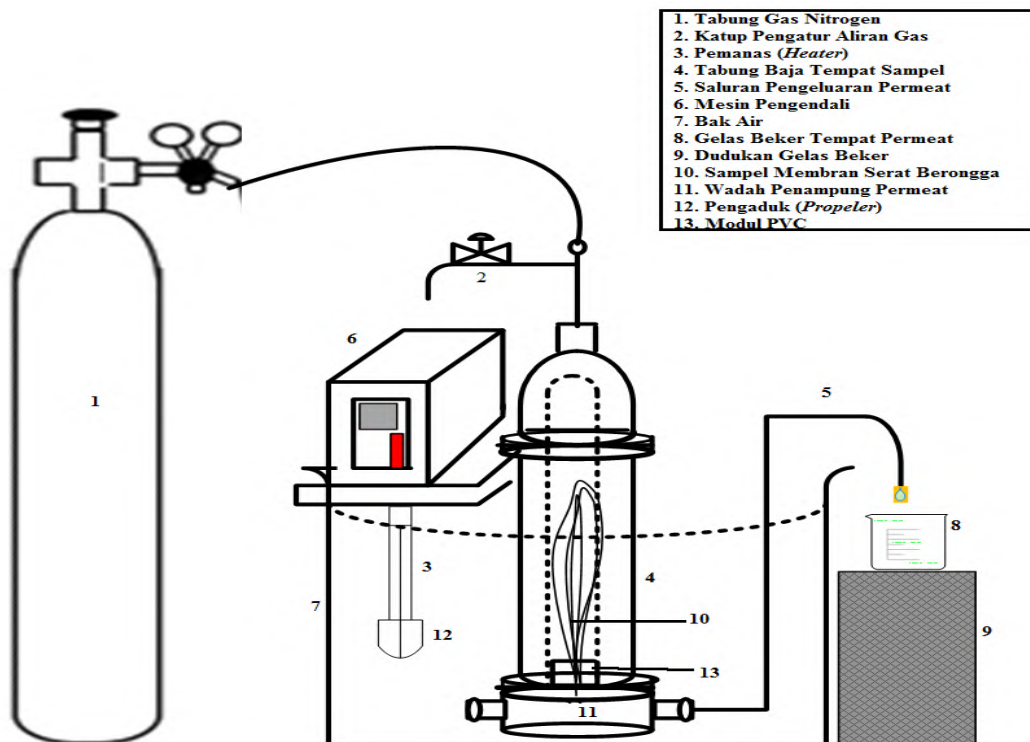
Gambar 3.2. Modul dan Proses Membran Serat Berongga (Mulder, 1996)

### 3.2.2. Persiapan Umpan Membran Filtrasi Serat Berongga Skala Laboratorium *Refining Crude Palm Oil*

Membran filtrasi serat berongga diuji kinerjanya menggunakan reaktor skala laboratorium dengan sistem *dead-end*. Adapun umpan yang digunakan adalah minyak kelapa sawit mentah (CPO) sebanyak 1 liter pada suhu 60°C dan menggunakan tekanan 2 bar untuk sistem operasi.

### 3.2.3. Pembuatan Model Membran Filtrasi Serat Berongga Skala Laboratorium *Refining Crude Palm Oil* Untuk Aplikasi Pengurangan Kadar FFA dari Kelapa Sawit Mentah (CPO)

Model tersebut akan dibuat berdasarkan prinsip aplikasi membran serat berongga, yaitu dengan sistem *dead-end* (Azmi, dkk., 2015). Adapun model membran *refining oil* dapat dilihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3. Desain Reaktor Membran Filtrasi Serat Berongga Skala Laboratorium *Refining Crude Palm Oil* (Azmi, dkk., 2015)

Dari Gambar. 3.3. proses dimulai dari umpan/sampel CPO yang berasal dari Sime Durby, Malaysia, dimasukkan sebanyak 1 Liter kedalam seperangkat alat skala laboratorium dan kemudian dipanaskan didalam bak yang berisi air pada suhu 60° C dan dijaga suhunya. Kemudian masukkan gas nitrogen kedalam alat skala laboratorium dengan tekanan 2 bar dan jaga tekanannya. Umpan akan melewati membran serat berongga dengan tekanan 2 bar, sehingga CPO akan

segera keluar dari saluran *permeat* dan ditampung oleh gelas beker. Perhitungan fluks dan rejeksi serat berongga dilakukan persatuan waktu (tiap 30 menit) CPO.



Gambar. 3.4. Reaktor Membran Filtrasi Serat Berongga Skala Laboratorium  
*Refining Crude Palm Oil* (Azmi, dkk., 2015)

### 3.3. Analisa Kadar FFA Skala Laboratorium

#### 3.3.1. Menentukan FFA

Permeat yang ditampung di gelas beker dianalisa kadar FFA menggunakan metode titrasi yang merupakan analisa kadar FFA skala laboratorium. Adapun prosedur untuk menganalisa kadar FFA adalah siapkan 400 mL isopropyl alkohol (IPA) dengan 4 mL indikator Phenolptalein (PP) ke dalam erlemeyer 500 mL dan panaskan hingga mendidih. Teteskan larutan KOH kedalam campuran larutan IPA dan indikator PP hingga berubah warna ungu. Pindahkan 50 mL larutan tersebut kedalam sampel CPO yang telah ditimbang seberat 3 g (+/- 0,02 – 0,04). Panaskan sampel tersebut di dalam erlemeyer 250 mL hingga mendidih,

kemudian teteskan KOH hingga berubah warna menjadi kemerah-merahan (*reddish*) (Azmi, dkk., 2015).

Adapun rumus perhitungan kadar FFA dapat dilihat pada Persamaan (3.1)

$$\text{Kadar FFA} = \frac{\text{BM As.Palmitat} \times \text{Normalitas (N)} \times \text{Volume titrasi (ml)}}{\text{Berat sampel CPO (g)}} \quad (3.1)$$

### 3.3.2. Menentukan Normalitas KOH

Penentuan normalitas KOH menggunakan kalium hidrogen phthalat (KHP), yang merupakan standar primer yang baik untuk larutan-larutan basa. Siapkan KHP sebanyak 0,4 g (+/- 0,02 – 0,04) tambahkan 50 mL air distilasi kemudian tambahkan 2 – 3 tetes indikator phenolphthalin (PP) setelah itu titrasi dengan larutan KOH, sebelumnya ditimbang KOH sebanyak 2,805 g kemudian tambahkan 500 mL aquades untuk mendapatkan larutan KOH, setelah itu titrasi hingga berubah warna menjadi merah muda (*pink*). Adapun rumus perhitungan normalitas dapat dilihat pada Persamaan (3.2)

$$\text{Normalitas} = \frac{\text{Berat KHP (g)} \times 1000}{\text{Masa molar KHP} \times \text{Volume titrasi (ml)}} \quad (3.2)$$

## 3.4. Karakterisasi Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan dan Pengikat Silang Glutaraldehid

### 3.4.1. FT-IR (*Fourier Transform – Infra Red*)

Analisa dengan FT-IR dengan model Nicolet 5700, Thermo Electron. Siapkan sampel 1 helai membran serat berongga PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid. Kemudian sampel siap untuk dianalisis dengan FT-IR sedangkan untuk menganalisa kitosan yang berbentuk serbuk, kitosan dan KBr di timbang dengan rasio 1:10, kemudian keduanya dihaluskan dan di press dengan tekanan 1,5 – 1,7 ton selama 30 menit hingga berbentuk pellet, sampel yang sudah berbentuk pellet tersebut siap di analisa. Sampel yang akan dianalisis FT-IR dapat

diamati pada bilangan  $1655\text{ cm}^{-1}$  yang menandakan adanya ikatan amina antara kitosan dengan glutaraldehid (Gambar 2.12).

#### **3.4.2. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)**

SEM digunakan untuk karakterisasi morfologi membran. SEM yang digunakan model TM 3000, Hitachi. Sampel membran yang akan diidentifikasi morfologinya dikeringkan terlebih dahulu, kemudian direndam dengan Nitrogen cair selama beberapa detik hingga sampel mengeras. Sampel yang sudah direndam tersebut diangkat dan dipatahkan dengan pinset pada kedua ujungnya. Potongan sampel ini kemudian dilapisi dengan Paladium dan Platina untuk penghantar. Sampel kemudian ditentukan morfologinya pada bagian permukaan dan penampang lintang. Dengan demikian akan dapat diketahui morfologi membran PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid (Gambar 2.10).

#### **3.4.3. AFM (*Atomic Force Microscopy*)**

AFM (Model: N 8 NEOS Accurion Halcyonics, Bruker) digunakan untuk karakterisasi topografi pada membran serat berongga PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid berupa kekasaran dan kehalusan permukaan membran serat berongga PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid. Sampel membran serat berongga PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid digunting 1 cm kemudian diletakkan pada preparat kaca. *Cantilever* dan *tapping tips* akan bergerak menggunakan gaya tolak - menolak dan tarik - menarik, sehingga menghasilkan gambar 3 dimensi berupa puncak dan lembah (Gambar 2.11).

#### **3.4.4. Uji Sudut Kontak**

Pengujian sudut kontak menggunakan alat OCA15EC. Sudut kontak membran akan ditentukan dengan teknik sudut kontak Goniometer. Sampel akan dikontakkan dengan air yang terionisasi sebagai kontak antara cairan dengan sampel. Paling tidak ada 10 titik pada permukaan membran yang akan diukur

sudut kontakannya. Data hasil sudut kontak sampel membran PVDF dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid ini diambil dari nilai sudut kontak rata-rata dari sepuluh titik diukur (Gambar 2.14).

### 3.4.5. Uji Porositas Membran

Uji porositas biasanya dilakukan terhadap air. Cara yang dilakukan untuk uji porositas yaitu dengan menyiapkan 5 helai membran serat berongga dengan panjang masing-masing 5 cm kemudian membran serat berongga tersebut di epoxy dengan rasio resin dan hardener 10:5 pada tiap ujungnya diamkan hingga mengering selama 24 jam, setelah itu direndam dalam air selama 6 jam pada suhu kamar, kemudian membran ditimbang. Setelah itu membran dikeringkan dalam oven vakum pada suhu 40°C selama 6 jam sampai benar – benar kering selanjutnya ditimbang. Adapun besarnya porositas membran dapat dihitung menggunakan Persamaan 3.3

$$\% \text{ Porositas } (\epsilon) = \frac{W_B - W_K}{\rho_w \cdot V_{\text{neat}}} \quad (3.3)$$

Dengan,

$W_{\text{basah}}$  : Berat membran yang terserap oleh air,

$W_{\text{kering}}$  : Berat membran yang telah dikeringkan

$\rho_w$  : Massa jenis air ( $\text{kg/m}^3$ )

$V_{\text{neat}}$  : Volume bersih membran serat berongga

## 3.5. Uji Kinerja Membran Serat Berongga PVDF Dengan Kitosan dan Pengikat Silang Glutaraldehid

### 3.5.1. Penentuan Fluks Air Murni (*Pure Water Flux*)

Penentuan fluks menggunakan air bertujuan untuk mengetahui sifat hidrofobik dan hidrofilik membran hingga pada bagian dalam (*lumen*) pada membran serat berongga yang terikat silang menggunakan kitosan dan glutaraldehid. Pengukuran nilai fluks menggunakan air dilakukan dengan menyiapkan membran *hollow fiber* sebanyak 5 helai kemudian dipotting

menggunakan epoxy dengan perbandingan resin dan *hardener* 20:10, kemudian sampel diamkan selama 24 jam hingga epoxy benar-benar kering. Kemudian siapkan alat *water permeation (UF) hollow fiber system*. Sebelum sampel dimasukkan kedalam sistem, membran direndam terlebih dahulu di dalam air biasa selama 15 menit. Isi air kedalam tangki air (*feed tank*) sebanyak 1 L, kemudian operasikan alatnya, set tekanan 2 bar selama 30 menit, jika permeat tidak keluar, naikan tekanan hingga permeat keluar dan set tekanan tersebut pada sampel berikutnya, kemudian set waktu yang diinginkan dan catat volume permeat air yang didapatkan pada waktu yang telah di set, lakukan perlakuan yang sama untuk sampel berikutnya, hitung fluks menggunakan air dengan rumus pada Persamaan (3.5).

$$\text{Fluks (J)} = \frac{\text{Volume Permeat (air) (L)}}{A \text{ (m}^2\text{)} \times t \text{ (jam)}} \quad (3.5)$$

Dengan,      V      = volume permeat air (Liter)  
                   A      = luas permukaan membran (m<sup>2</sup>)  
                   t      = waktu (jam)

### 3.5.2. Penentuan *Molecular Weight Cut Off (MWCO)*

MWCO adalah ukuran dari karakteristik pemisahan dari suatu membran dalam istilah berat atom (massa), sebagai ukuran pori dari membran, dimana satuan yang digunakan adalah Da (Dalton) yang setara dengan g/mol. Pengukuran MWCO dilakukan dengan menyiapkan membran serat berongga sebanyak 5 helai kemudian *dipotting* dengan pot besi menggunakan epoxy dengan perbandingan rasio antara resin dan *hardener* 20 :10, diamkan selama 24 jam hingga epoxy benar-benar kering. Kemudian siapkan Polietilenglikol (PEG) dengan MWCO 3400 Da dan Bovine Serum Albumin (BSA) dengan MWCO 45000 Da. Untuk PEG siapkan sebanyak 0,1 g, larutkan dengan air destilat sebanyak 1 L (Amtec, 2016).

Untuk BSA siapkan 0,5 g, larutkan dengan air destilat sebanyak 1 L. Tuang larutan PEG pada tangki (*feed tank*) begitu juga dengan BSA, kemudian

operasikan *Water permeation* (UF) *hollow fiber system* dengan men-set tekanan sesuai tekanan pada penentuan fluks menggunakan air. Sebelum sampel dimasukkan ke sistem, sampel terlebih dahulu di rendam dengan larutan yang akan di uji, kemudian ambil sebanyak 15 mL umpan dan permeat 15 mL untuk PEG kemudian analisa menggunakan *Total Organic Carbon* (TOC) SHIMADZU CORP. Untuk BSA, ambil sebanyak 10 mL umpan dan permeat 10 mL kemudian dianalisa menggunakan UV dengan model HACH DR 5000 pada panjang gelombang 280 nm, untuk mengetahui nilai konsentrasi. Adapun penentuan MWCO dapat dilihat dari persen rejeksi yang didapatkan dengan menggunakan rumus pada Persamaan (3.4).

$$R_{\text{Solute}} = 1 - \frac{C_p}{C_f} \times 100\% \quad (3.4)$$

Dengan,        R        = koefisien rejeksi (%),  
                   C<sub>p</sub>        = konsentrasi zat terlarut dalam permeat (ppm),  
                   C<sub>f</sub>        = konsentrasi zat terlarut dalam umpan (ppm)

### 3.5.3. Penentuan Fluks dan Rejeksi

Penentuan fluks dan rejeksi merupakan penentuan utama kinerja membran. Pengukuran nilai fluks dilakukan dengan menimbang berat permeat (CPO dengan kadar FFA rendah) yang tertampung didalam bak permeat (BP) dalam selang waktu tertentu. Sedangkan, pengukuran rejeksi dilakukan dengan mengukur konsentrasi umpan CPO sebelum dan sesudah melewati membran dengan turbidimeter. Adapun penentuan fluks dan rejeksi ini dapat ditentukan dengan rumus pada Persamaan (3.6) dan (3.7).

$$J = \frac{\text{Berat Permeat CPO (kg)}}{A \text{ (m}^2\text{)} \times t \text{ (jam)}} \quad (3.6)$$

Dengan,        J        = fluks (L/m<sup>2</sup>.jam),  
                   A        = luas permukaan membran (m<sup>2</sup>),  
                   t        = waktu (jam)



$$R = 1 - \frac{C_p}{C_f} \times 100\% \quad (3.7)$$

Dengan,        R        = koefisien rejeksi (%),  
                   C<sub>p</sub>        = konsentrasi zat terlarut dalam permeat (ppm),  
                   C<sub>f</sub>        = konsentrasi zat terlarut dalam umpan (ppm)

#### 3.5.4. FE – SEM (*Field Emission Scanning Electron Microscopy*)

Analisa FE – SEM (Model: Crossbeam 340, Zeiss Gemini) dilakukan untuk karakterisasi morfologi membran setelah aplikasi, sehingga dapat mengetahui penyebab penyumbatan yang terjadi pada serat berongga yang disebabkan oleh (CPO). Sampel membran serat berongga digunting kemudian diletakkan di *sample holder*. *Sample holder* tersebut diletakkan diatas *platform*, kemudian dieratkan. Sampel kemudian ditentukan morfologinya pada bagian permukaan dan penampang lintang.

#### 3.5.5. DSC/TGA (*Differential Scanning Calorimetry/Thermo Gravimetric Analyzer*)

Analisa DSC/TGA menggunakan model DSC/TGA/SDTA 840, Mettler Toledo). DSC dilakukan untuk menganalisis senyawa yang terurai secara eksotermis atau endotermis. Pada DSC, energi dibutuhkan untuk perbedaan suhu antara sampel dan pembanding mendekati nol yang diukur dan dianalisis pada suhu yang sama dalam lingkungan panas atau dingin dengan kecepatan yang teratur. Sedangkan untuk TGA untuk mengukur berkurangnya massa membran ketika dipanaskan secara kontinyu dari suhu kamar sampai suhu tinggi, sehingga dapat diketahui suhu pada saat membran kehilangan massa yang cukup signifikan (Gambar 2.13).

#### 3.5.6. Uji Tarik Membran

Uji tarik dilakukan untuk sifat mekanik membran. Preparasi dilakukan dengan memotong sampel membran berukuran panjang 50 cm. Selanjutnya kedua

ujung sampel membran dijepit dengan alat uji tarik (ASTM tipe D 882) dan ditarik hingga putus menggunakan kecepatan 10 mm/menit. Data yang diperoleh dari hasil uji tarik ini meliputi *stress* (tegangan) pada kondisi minimal dan maksimal, *strain* (regangan) pada kondisi minimal dan maksimal, serta *Modulus Young*.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

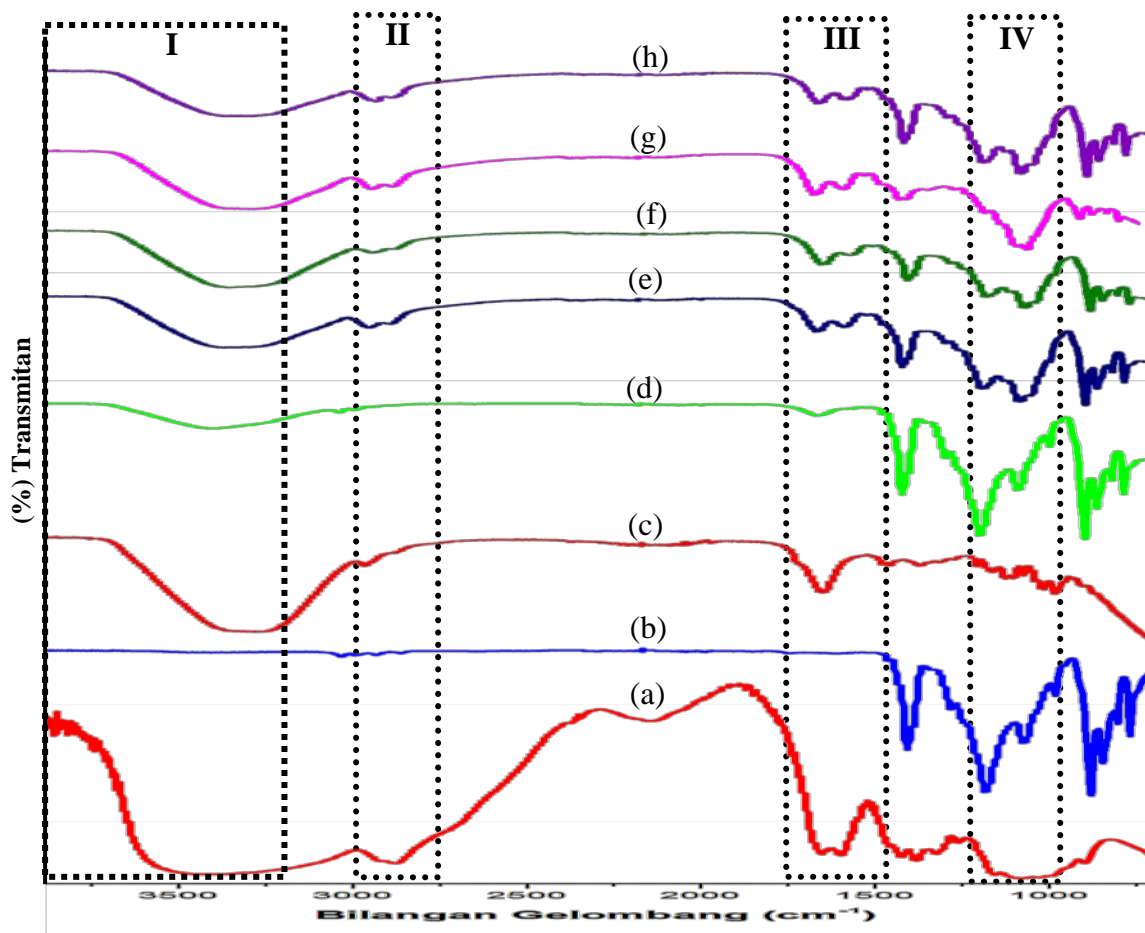
## **BAB 4**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pada bagian bab ini akan ditampilkan hasil dan pembahasan modifikasi membran serat berongga PVDF tanpa *pretreatment* dengan variasi massa kitosan. Variasi massa kitosan yang digunakan adalah 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, dan 0,5 g. Modifikasi ini dilakukan dengan melapiskan larutan kitosan yang telah terikat silang dengan agen pengikat silang glutaraldehid pada permukaan membran serat berongga PVDF. Membran serat berongga PVDF dihasilkan dari proses *spinning* yang memiliki parameter kondisi tertentu dan menggunakan metode inversi fasa, rendam endap. Hasil interaksi yang terjadi antara kitosan dan glutaraldehid pada permukaan membran serat berongga PVDF ditunjukkan dari uji FT-IR, diikuti dengan pengujian morfologi dan topografi membran baik sebelum dan sesudah modifikasi menggunakan SEM dan AFM, serta pengujian permeabilitas dan selektivitas membran sebelum dan sesudah aplikasi yang meliputi hidrofilitas, porositas, fluks air, MWCO, fluks dan rejeksi minyak, serta FE-SEM, dan pengujian membran terhadap suhu dan mekaniknya menggunakan TGA dan kuat tarik.

#### **4.1. FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)**

Karakterisasi menggunakan FTIR untuk melihat interaksi antara kitosan dan glutaraldehid pada permukaan membran PVDF berdasarkan identifikasi gugus fungsi dari membran serat berongga modifikasi dan tidak modifikasi. Spektrum IR sampel membran dapat dilihat pada Gambar. 4.1. Interpretasi perbandingan spektrum dapat dilihat pada Tabel. 4.1. Gambar. 4.1. dan Tabel. 4.1. merupakan hasil spektra FTIR dan interpretasi perbandingan spektrum dari (a) kitosan, (b) PVDF, (c) glutaraldehid, (d) membran serat berongga PVDF/K-0,1, (e) PVDF/K-0,2, (f) PVDF/K-0,3, (g) PVDF/K-0,4, (h) PVDF/K-0,5.



Gambar 4.1. Spektra FTIR (a) Kitosan, (b) PVDF, (c) Glutaraldehyd, (d) PVDF/K-0,1, (e) PVDF/K-0,2, (f) PVDF/K-0,3, (g) PVDF/K-0,4, dan (h) PVDF/K-0,5

Dari Gambar 4.1., terlihat bahwa pada wilayah I, mengindikasikan adanya gugus O-H *stretching* dari gugus hidroksil dan N-H *stretching* dari gugus amina pada kitosan (spektrum a) yang terdapat pada bilangan gelombang 3200-3600  $\text{cm}^{-1}$  dan pada glutaraldehyd (spektrum c) juga mengindikasikan adanya gugus O-H dari hidroksil yang terletak pada bilangan gelombang 3270  $\text{cm}^{-1}$  (Beppu, dkk., 2009). Sedangkan pada membran PVDF (spektrum b) terlihat bahwa gugus O-H dari etilen glikol (EG) pada gambar (3) yang digunakan sebagai zat aditif pada membran PVDF tanpa modifikasi menghilang, dikarenakan EG bersifat hidrofil yang mampu menarik O-H kemudian berdifusi menuju nonpelarut.

Dari Gambar (4.1) terlihat bahwa spektrum (d), (e), (f), (g), dan (h) telah terlapisi oleh kitosan dan glutaraldehid pada permukaan membran PVDF (spektrum b). Hal ini dikarenakan metode yang dilakukan pada penelitian ini adalah metode pelapisan permukaan yang dilakukan dengan modifikasi secara fisika, yaitu tanpa terjadi ikatan kovalen antara permukaan membran serat berongga dan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid, modifikasi ini berdasarkan interaksi fisika dengan menggunakan *treatment* suhu (Fang, dkk., 2013).

Tabel 4.1. menunjukkan bahwa gugus O-H dan N-H dari kitosan (spektrum a) terletak pada panjang gelombang  $3424\text{ cm}^{-1}$ , begitu juga pada membran PVDF/K-0,1 yang berada pada bilangan gelombang  $3380\text{ cm}^{-1}$ , PVDF/K-0,2 berada pada bilangan gelombang  $3350\text{ cm}^{-1}$ , PVDF/K-0,3 berada pada bilangan gelombang  $3350\text{ cm}^{-1}$ , PVDF/K-0,4 berada pada bilangan gelombang  $3270\text{ cm}^{-1}$ , begitu juga PVDF/K-0,5 yang terletak pada bilangan gelombang  $3280\text{ cm}^{-1}$ . Namun pada Gambar (4.1) spektrum (d) yaitu pada PVDF/K-0,1, gugus amida ( $\text{NH}_2$ ) *bending* yang terletak pada bilangan gelombang  $1567\text{ cm}^{-1}$  tidak muncul, dikarenakan mikropartikel kitosan terlapisi sedikit diatas permukaan membran serat berongga a PVDF (Chen, dkk., 2009) .

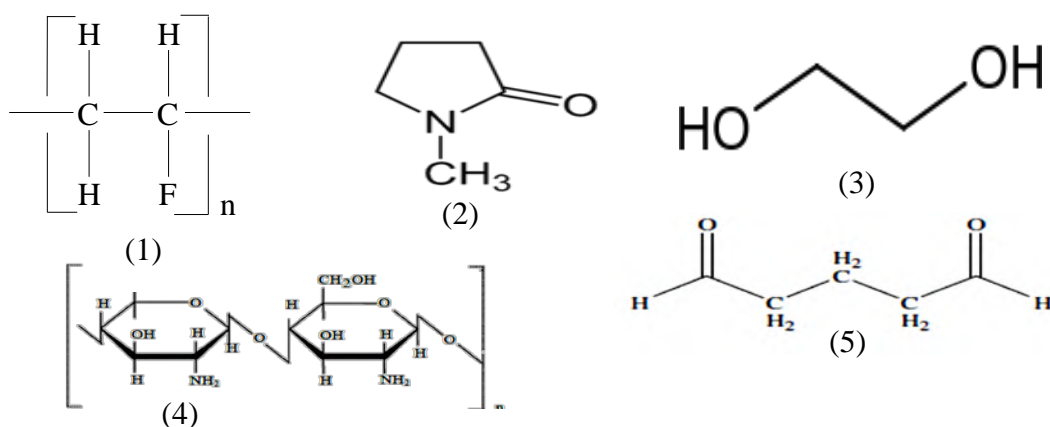
Pada wilayah II, kehadiran C-H *stretching* dari gugus aldehid pada bilangan gelombang  $2857\text{ cm}^{-1}$  pada glutaraldehid, gambar (5), memiliki ciri khas bilangan gelombang  $2900\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$  (Mansur, dkk., 2009). Membran yang termodifikasi pada wilayah III, juga menunjukkan kehadiran gugus C=O karbonil, yang muncul pada bilangan gelombang  $1725\text{ cm}^{-1}$ , dimana ciri khas gugus karbonil terletak pada bilangan gelombang  $1740\text{-}1720\text{ cm}^{-1}$ . Gugus karbonil (C=O) yang dimiliki oleh NMP (N-metil-2-pirrolidon), gambar (2), yang digunakan sebagai pelarut tidak muncul pada spektrum (b) membran serat berongga PVDF tanpa modifikasi, ketidakmunculan gugus karbonil (C=O) ini disebabkan karena NMP berdifusi menuju nonpelarut.

Tabel 4.1. Perbandingan Interpretasi Spektrum IR Membran PVDF Tanpa Modifikasi dan Membran dengan Modifikasi.

| No. | Gugus Fungsi<br>(Pavia,dkk., 2001) | Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) |                       |                       |                       |                       |                       |                       |                       |
|-----|------------------------------------|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
|     |                                    | PVDF                                   | Glutaraldehid         | Kitosan               | PVDF/K-0,1            | PVDF/K-0,2            | PVDF/K-0,3            | PVDF/K-0,4            | PVDF/K-0,5            |
| 1.  | O-H                                | -                                      | 3270 cm <sup>-1</sup> | 3424 cm <sup>-1</sup> | 3380 cm <sup>-1</sup> | 3350 cm <sup>-1</sup> | 3350 cm <sup>-1</sup> | 3270 cm <sup>-1</sup> | 3280 cm <sup>-1</sup> |
| 2.  | C-H                                | -                                      | 2857 cm <sup>-1</sup> | -                     | 2908 cm <sup>-1</sup> | 2847 cm <sup>-1</sup> | 2823 cm <sup>-1</sup> | 2835 cm <sup>-1</sup> | 2835 cm <sup>-1</sup> |
| 3.  | C-F                                | 1400 cm <sup>-1</sup>                  | -                     | -                     | 1400 cm <sup>-1</sup> | 1400 cm <sup>-1</sup> | 1400 cm <sup>-1</sup> | 1400 cm <sup>-1</sup> | 1400 cm <sup>-1</sup> |
| 4.  | C-F                                | 1180 cm <sup>-1</sup>                  | -                     | -                     | 1180 cm <sup>-1</sup> | 1177 cm <sup>-1</sup> | 1177 cm <sup>-1</sup> | 1177 cm <sup>-1</sup> | 1177 cm <sup>-1</sup> |
| 5.  | N=C                                | -                                      | -                     | -                     | 1664 cm <sup>-1</sup> | 1655 cm <sup>-1</sup> | 1655 cm <sup>-1</sup> | 1655 cm <sup>-1</sup> | 1655 cm <sup>-1</sup> |
| 6.  | C-N                                | -                                      | -                     | 1080 cm <sup>-1</sup> | 1060 cm <sup>-1</sup> | 1060 cm <sup>-1</sup> | 1060 cm <sup>-1</sup> | 1060 cm <sup>-1</sup> | 1060 cm <sup>-1</sup> |
| 7.  | N-H                                | -                                      | -                     | 1567 cm <sup>-1</sup> | -                     | 1567 cm <sup>-1</sup> | 1567 cm <sup>-1</sup> | 1567 cm <sup>-1</sup> | 1567 cm <sup>-1</sup> |
| 8.  | C=C                                | 1400 cm <sup>-1</sup>                  | -                     | -                     | 1400 cm <sup>-1</sup> | 1400 cm <sup>-1</sup> | 1400 cm <sup>-1</sup> | 1400 cm <sup>-1</sup> | 1400 cm <sup>-1</sup> |
| 9.  | C=O                                | -                                      | -                     | 1725 cm <sup>-1</sup> | 1725 cm <sup>-1</sup> | 1725 cm <sup>-1</sup> | 1725 cm <sup>-1</sup> | 1725 cm <sup>-1</sup> | 1726 cm <sup>-1</sup> |

Pada wilayah III, muncul gugus baru N=C pada glutaraldehyd dan kitosan yang terletak pada bilangan gelombang 1640 dan 1655  $\text{cm}^{-1}$ , adapun ciri khas gugus N=C yaitu terletak pada bilangan gelombang 1690-1640  $\text{cm}^{-1}$  (Pavia dkk. (2001)). Munculnya gugus N=C, mengindikasikan bahwa adanya ikat silang antara gugus amino dari kitosan dan gugus aldehid dari glutaraldehyd, reaksi antara kitosan dan agen pengikat silang glutaraldehyd dapat dilihat pada Gambar. 2.9. Pada wilayah III, membran serat berongga yang termodifikasi juga menunjukkan pada *range* bilangan gelombang yang dimiliki oleh gugus N=C. Dari hasil interpretasi dan identifikasi gugus wilayah II dan III, menandakan bahwa semua membran serat berongga yang dimodifikasi dengan kitosan pada permukaan membran serat berongga PVDF, berhasil diikat silang oleh agen pengikat silang glutaraldehyd.

Pada wilayah IV, membran serat berongga yang terikat silang dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehyd masih menunjukkan adanya gugus PVDF gambar (1), yaitu pada bilangan gelombang 1180 dan 1400  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan puncak C-F dan C=C (Chanachai, dkk., 2009). Pada spektrum (d) terlihat sangat jelas puncak C-F dan C=C, dibandingkan pada spektrum (e), (f), (g), dan (h). Pada spektrum (e), (f), (g), dan (h), terdapat puncak dari gugus amina (C-N) yaitu pada bilangan gelombang 1060, dimana ciri khas puncak amina ada pada bilangan gelombang 1350-1000  $\text{cm}^{-1}$ , puncak menjadi tajam dikarenakan adanya amina sekunder yang dibentuk oleh reaksi ikat silang antara gugus amino dan gugus aldehid dari glutaraldehyd (Chanachai, dkk., 2009).



Gambar 4.2. (1) PVDF, (2) NMP, (3) EG, (4) Kitosan, (5) Glutaraldehyd

## 4.2. Morfologi dan Topografi Serat Berongga PVDF/Kitosan/Glutaraldehid

### 4.2.1. Morfologi Membran Hasil Uji Menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Morfologi membran serat berongga dikarakterisasi menggunakan alat SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Gambar 4.3. merupakan foto membran serat berongga yang akan diuji morfologinya. Uji SEM dilakukan pertama kali untuk melihat morfologi pada permukaan membran serat berongga dan penampang lintang membran serat berongga PVDF dan membran serat berongga yang terikat silang dengan variasi kitosan dan pengikat silang glutaraldehid. Gambar 4.4. menunjukkan morfologi permukaan dan distribusi pori membran (a,b) PVDF, (c,d) PVDF/K-0,1, (e,f) PVDF/K-0,5.



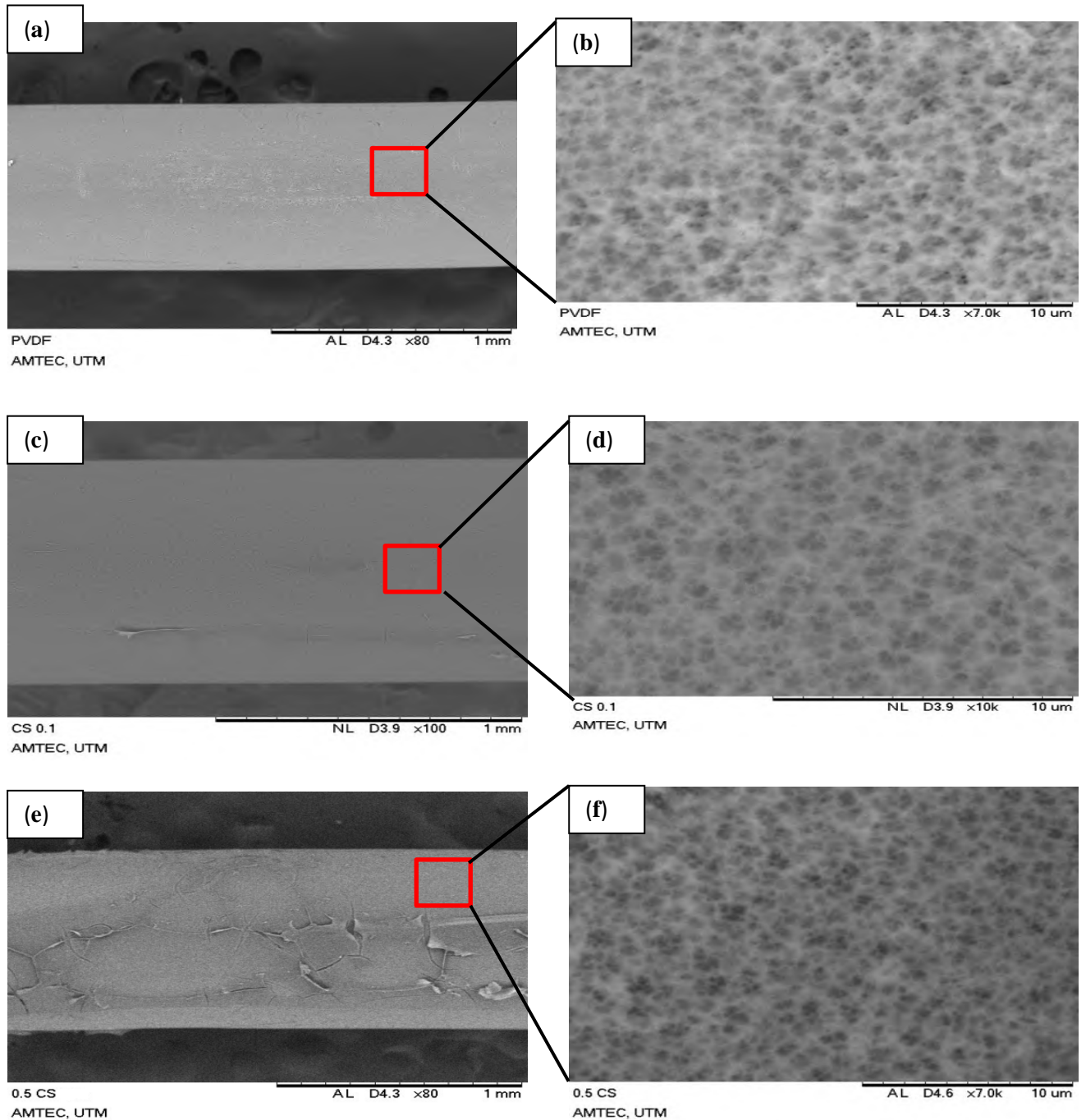
Gambar 4.3. Foto Untuk Membran Serat Berongga

Gambar 4.4. merupakan morfologi permukaan dan distribusi pori membran serat berongga (a dan b) PVDF, (c dan d) membran PVDF/K-0,1, dan (e dan f) membran PVDF/K-0,5. Membran yang dihasilkan berasal dari perlakuan yang sama, yang membedakannya adalah variasi massa kitosan yang terikat silang pada permukaan membran serat berongga PVDF. Pada penelitian ini, *treatment* suhu yang digunakan adalah 45, 50, 55, dan 60° C untuk semua membran modifikasi (Chanachai, dkk., 2009).

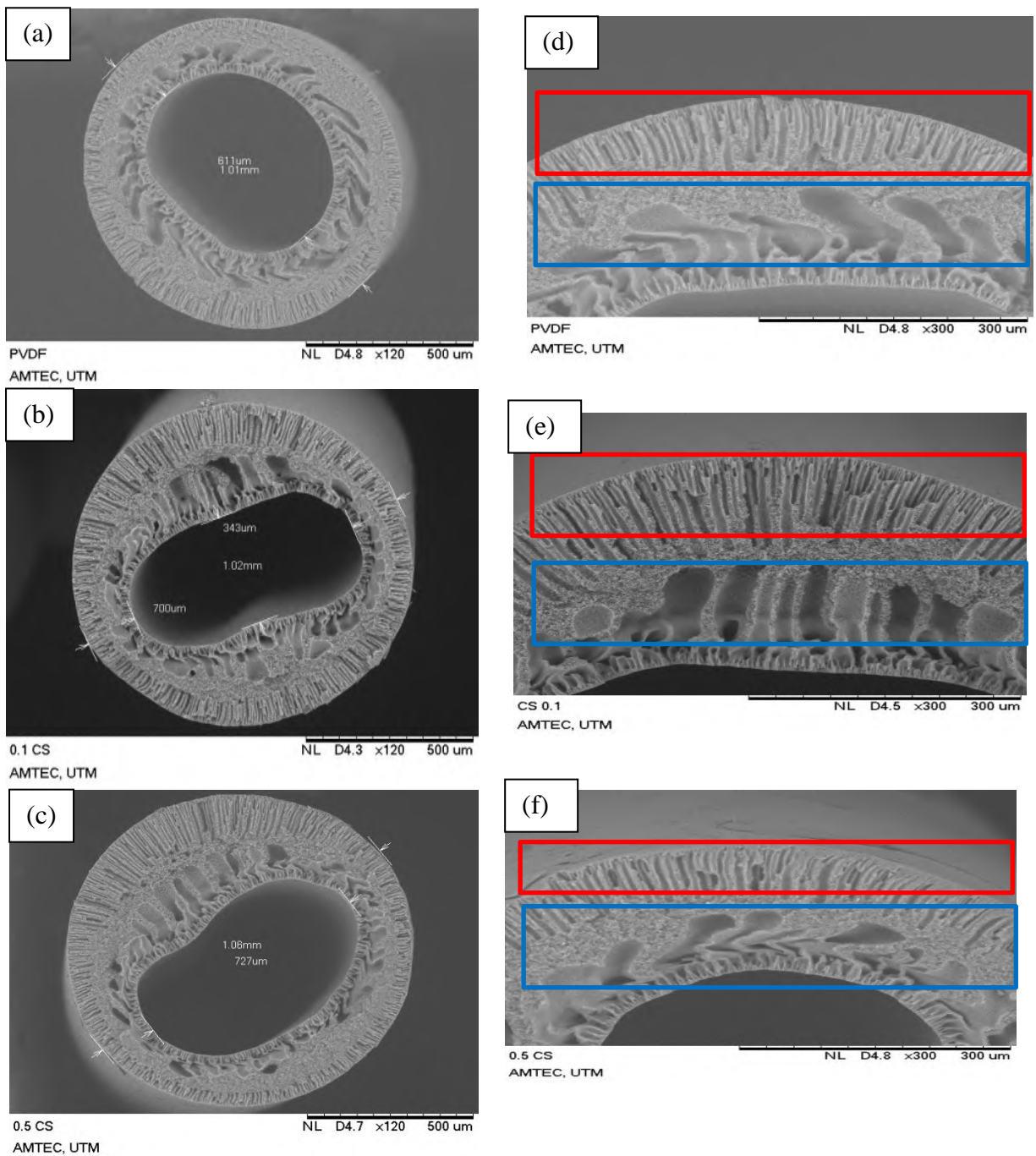
Semua membran memiliki struktur sangat berpori dan asimetrik. Membran asimetrik yaitu, membran yang mempunyai dua lapisan dengan lapisan yang sangat tipis pada bagian atas yang disebut dengan kulit yang berfungsi sebagai



membran utama dan bagian bawahnya berupa lapisan yang lebih tebal dan berpori jauh lebih besar yang berfungsi sebagai penyangga (Mulder, 1996).



Gambar 4.4. Foto mikroskop permukaan dan distribusi pori membran serat berongga (a dan b) PVDF, (c dan d) PVDF/K-0,1, (e dan f) PVDF/K-0,5



Gambar 4.5. Foto mikrograf penampang lintang membran serat berongga (a) PVDF, (b) PVDF/K-0,1, (c) PVDF/K-0,5, (e) Perbesaran membran serat berongga PVDF, (f) Perbesaran PVDF/K-0,1, (g) Perbesaran PVDF/K-0,5 (Kotak merah: Bagian atas; Kotak biru: Bagian bawah)

Gambar 4.4. (a) menunjukkan permukaan yang halus dan berwarna putih tanpa ada kitosan dan pengikat silang glutaraldehyd pada permukaan membran serat berongga PVDF, pada Gambar 4.4. (b) terlihat bahwa distribusi pori yang merata begitu juga pada Gambar 4.4. (c) untuk membran serat berongga PVDF/K-0,1 dan pengikat silang glutaraldehyd, terlihat membran serat berongga PVDF terselimuti merata oleh kitosan dan pengikat silang glutaraldehyd meskipun lapisan yang dihasilkan tipis dan tidak terlihat jelas, hal ini dikarenakan massa kitosan yang digunakan sedikit yaitu 0,1 g, distribusi pori juga menunjukkan merata (Gambar (d)), dan pada Gambar 4.4. (e) lapisan kitosan sangat terlihat jelas pada permukaan serat berongga PVDF, kitosan dan pengikat silang glutaraldehyd terselimuti rata. Permukaan yang terselimuti merata pada permukaan serat berongga PVDF, dikarenakan massa kitosan yang digunakan adalah 0,5 g. Distribusi pori yang rata juga seperti yang ditunjukkan pada Gambar. 4.4 (f).

Azmi, dkk (2015) melaporkan bahwa semakin banyak massa pemodifikasi, pemodifikasi dalam penelitian ini adalah kitosan, maka lapisan permukaan pada serat berongga yang dihasilkan akan semakin kelihatan atau tebal dan kasar. Kesamaan nilai pori yang ditunjukkan oleh gambar (b), (d) dan (f), dikarenakan semua membran serat berongga menggunakan bahan dan formula yang sama pada saat proses pencetakan dan suhu yang diberikan ketika proses modifikasi permukaan dengan *treatment* adalah suhu rendah (40-60°C), sehingga tidak mempengaruhi distribusi pori dan ukuran pori (Fang, dkk (2013)).

Gambar 4.5. merupakan morfologi membran serat berongga. Pengambilan gambar morfologi penampang lintang membran serat berongga diawali dengan preparasi pemotongan membran menggunakan nitrogen cair. Gambar 4.5. memperlihatkan penampang lintang membran serat berongga (a) membran PVDF, (b) membran PVDF/K-0,1, dan (c) membran PVDF/K-0,5. Dari Gambar penampang lintang (a), memperlihatkan ukuran diameter luar rongga membran adalah 1,01 mm dan ukuran diameter dalam rongga adalah 611  $\mu\text{m}$  (0,611 mm), pada gambar (b), memperlihatkan ukuran diameter luar rongga membran 1,02 mm dan ukuran diameter dalam 700 $\mu\text{m}$  (0,700 mm), begitu juga pada Gambar (c), yang memperlihatkan ukuran diameter luar rongga membran adalah 1,06 mm dan

ukuran diameter dalam rongga adalah 727  $\mu\text{m}$  (90,727 mm). Dari Gambar (a), (b), dan (c), terlihat ukuran diameter luar meningkat seiring bertambahnya massa kitosan yang diberikan. Hal ini, dikarenakan kitosan yang diikat silang glutaraldehid telah berhasil melapisi permukaan serat berongga PVDF.

Gambar penampang lintang (d), (e), dan (f) merupakan perbesaran dari Gambar (a), (b), dan (c). Dari Gambar penampang lintang (d), (e), dan (f), memperlihatkan pada bagian atas (kotak merah) adanya *makrovoid* berbentuk jari-jari pendek dan pada bagian bawah (kotak biru) memperlihatkan ketidakteraturan rongga-rongga yang tersebar merata pada membran, baik pada gambar (a), (b), dan (c), yang disebabkan oleh pelarut yang digunakan, yaitu NMP dengan komposisi yang sama pada ketiga variasi. Bottino, dkk (1998) melaporkan bahwa, dengan menggunakan NMP sebagai pelarut PVDF, akan menghasilkan rongga-rongga yang berukuran lebar dan panjang pada bagian bawah membran yang tidak memiliki keteraturan bentuk. Begitu juga dengan adanya penambahan EG sebagai zat aditif pembentuk pori yang ditambahkan pada larutan pencetak yang menyebabkan membran serat berongga menjadi berpori. Kesting, dkk (1995) melaporkan, terbentuknya rongga-rongga yang tidak beraturan dan *makrovoid* yang berbentuk jari-jari pendek juga disebabkan oleh proses koagulasi.

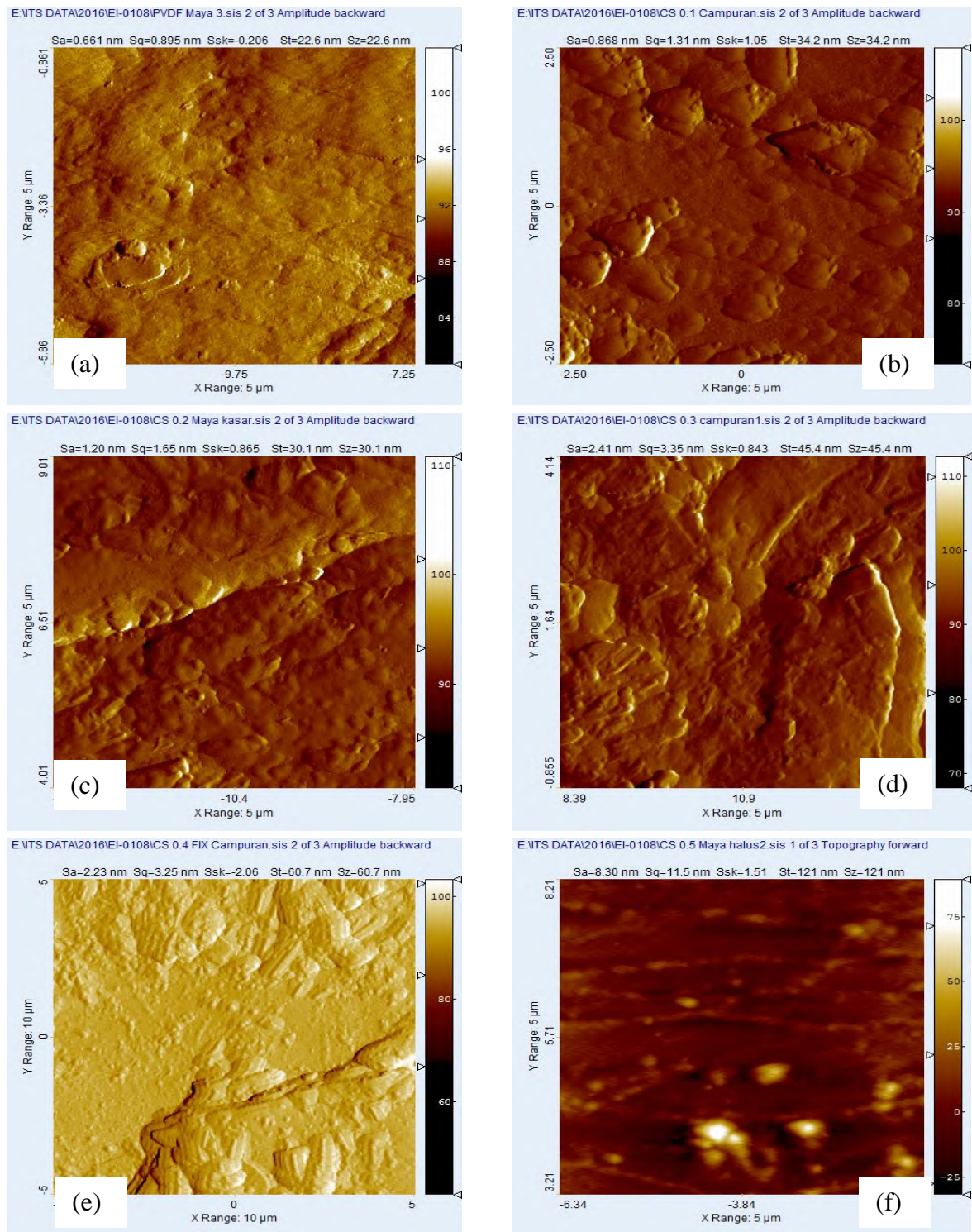
Proses terbentuknya makrovoid berbentuk jari-jari pendek dan rongga – rongga yang tidak beraturan pada membran, dikarenakan pada preparasi membran PVDF sebelumnya pada bab III dijelaskan bahwa, setelah membran direndam dengan air didalam bak koagulasi, membran kemudian di rendam dengan etanol. Etanol memiliki pengaruh dalam proses terbentuknya *makrovoid* berbentuk jari-jari pendek dikarenakan etanol dapat memperlambat proses koagulasi dan mengubah *makrovoid* berbentuk jari-jari panjang menjadi jari-jari pendek dan rongga-rongga yang tidak beraturan (Deshmukh dan Li (1998); Bottino, dkk (1991)).

#### **4.2.2. Topografi Membran Hasil Uji Menggunakan AFM (*Atomic Force Microscopy*)**

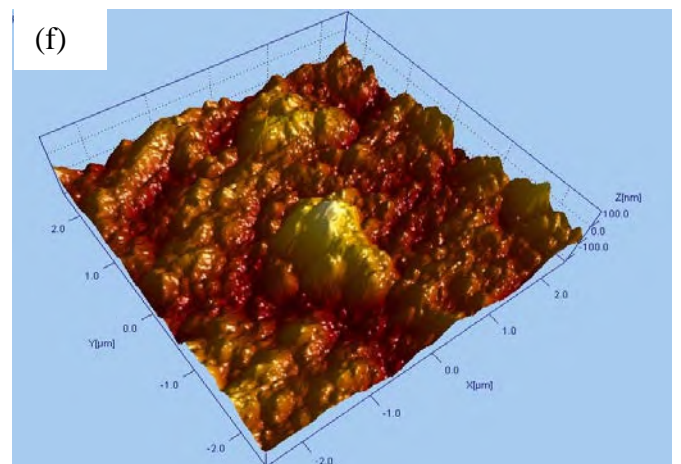
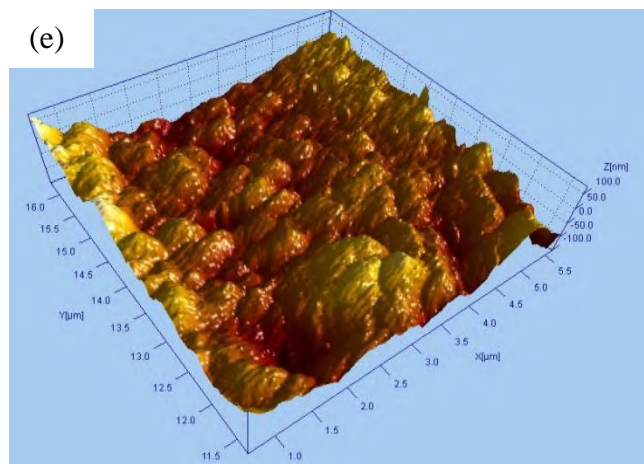
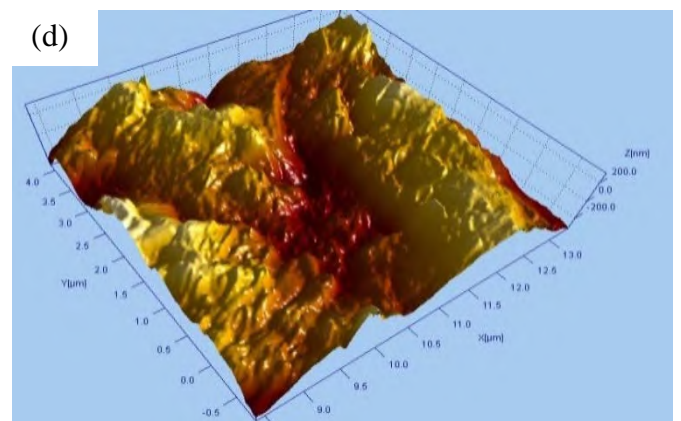
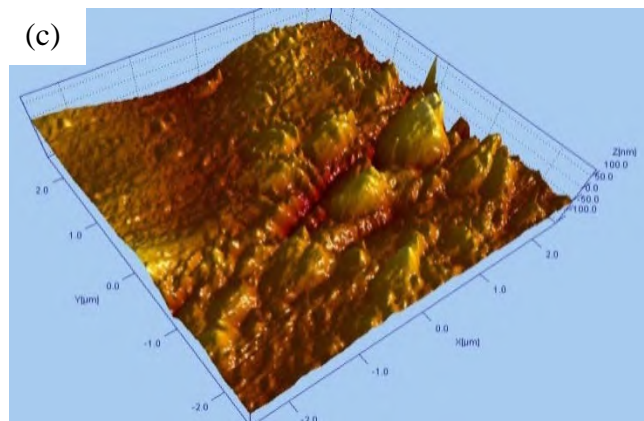
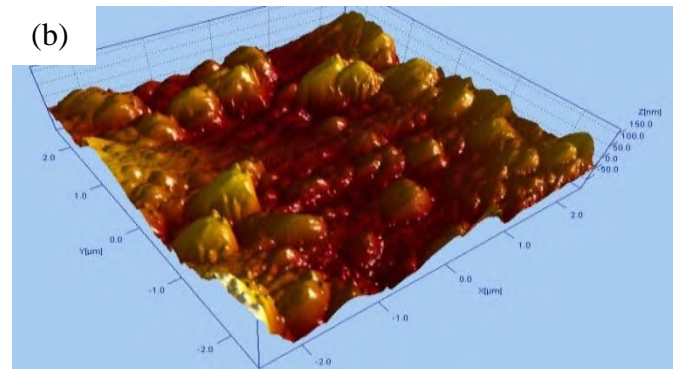
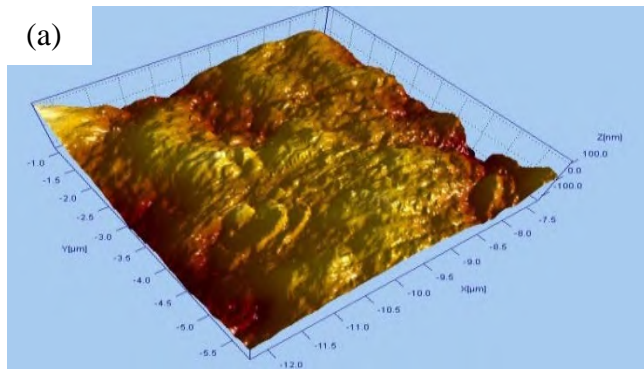
Uji topografi menggunakan AFM dilakukan untuk menganalisa tingkat kekasaran permukaan membran serat berongga tanpa modifikasi dan dengan modifikasi menggunakan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid. Hasil nilai rata-rata kekasaran dan distribusi kekasaran serta dapat dilihat pada Gambar 4.6. dan topografi dapat dilihat pada Gambar 4.7. dalam bentuk gambar 3D, berupa puncak dan lembah, sedangkan Tabel. 4.2. merupakan ringkasan nilai rata-rata kekasaran dan distribusi kekasaran.

Dari Gambar 4.7. dan Tabel 4.2. memperlihatkan topografi dan hasil  $S_a$  dan  $S_q$  AFM, dari serat berongga PVDF tanpa modifikasi (a) dan dengan modifikasi (a), (b), (c), (d), dan (e). Hasil topografi pada membran serat berongga PVDF memperlihatkan sedikitnya kekasaran, yang ditandai hampir tidak adanya puncak yang muncul pada permukaan membran serat berongga PVDF dan juga dari nilai rata-rata kekasaran permukaan ( $S_a$ ) adalah 0,661 nm dan distribusi kekasaran permukaan sebesar 0,895, dibandingkan pada permukaan serat berongga yang dimodifikasi dengan kitosan dengan variasi 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, dan 0,5 g, menunjukkan adanya puncak, yang menandakan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid telah melapisi permukaan luar serat berongga (Azmi, dkk., 2015). Rendahnya nilai  $S_a$  dan  $S_q$  pada membran serat berongga PVDF menandakan bahwa, permukaan membran serat berongga halus, dikarenakan tidak adanya kitosan yang melapisi permukaan sedangkan pada membran serat berongga yang dimodifikasi dengan variasi kitosan terlihat adanya puncak dan memiliki nilai  $S_a$  dan  $S_q$  yang tinggi.





Gambar 4.6. Amplitudo *backward* AFM Membran Serat Berongga (a) PVDF, (b) PVDF/K-0,1, (c) PVDF/K-0,2, (d) PVDF/K-0,3, (e) PVDF/K-0,4, (f) PVDF/K-0,5



Gambar 4.7. Topografi AFM Membran Serat Berongga (a) PVDF, (b) PVDF/K-0,1, (c) PVDF/K-0,2, (d) PVDF/K-0,3, (e) PVDF/K-0,4, (f) PVDF/K-0,5

| Tabel 4.2. Rata-rata Kekasaran Permukaan (Sa) dan Distribusi Kekasaran Permukaan (Sq) |                                    |                                     |
|---|------------------------------------|-------------------------------------|
| Membran Serat Berongga  | Rata-Rata Kekasaran Permukaan (Sa) | Distribusi Kekasaran Permukaan (Sq) |
| PVDF  | 0,661 nm                           | 0,895 nm                            |
| PVDF/K-0,1  | 0,868 nm                           | 1,31 nm                             |
| PVDF/K-0,2  | 1,20 nm                            | 1,65 nm                             |
| PVDF/K-0,3  | 2,41 nm                            | 3,35 nm                             |
| PVDF/K-0,4  | 2,23 nm                            | 3,25 nm                             |
| PVDF/K-0,5  | 8,30 nm                            | 11,5 nm                             |

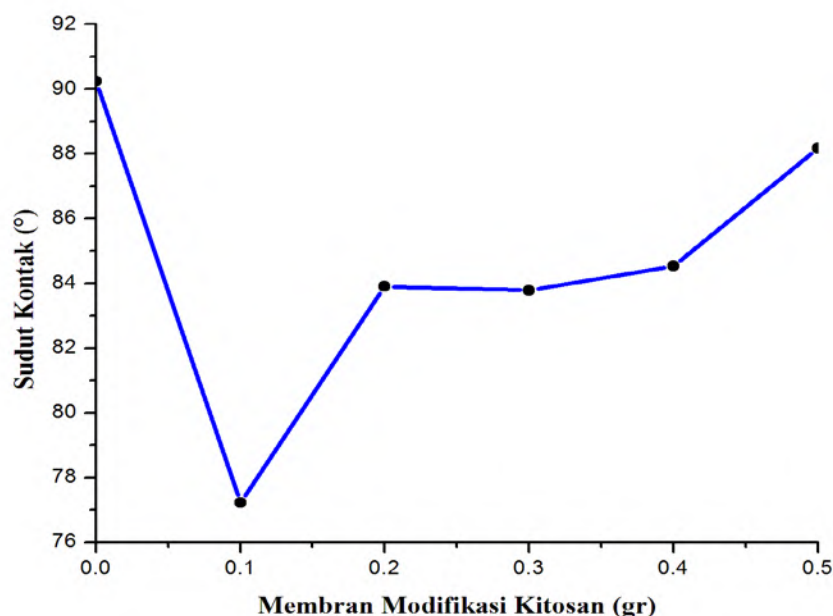
Pada membran serat berongga PVDF/K-0,5, terlihat banyak terdapat puncak, yang menandakan tingginya kekasaran, karena tebalnya lapisan kitosan pada permukaan luar membran serat berongga PVDF dan juga berdasarkan nilai Sa dan Sq-nya yaitu 8,30 nm dan 11,5 nm lebih tinggi dibandingkan pada variasi kitosan lainnya. Xi, dkk., (2009) melaporkan ketebalan lapisan permukaan luar membran pada studi modifikasi permukaan disebabkan karena dilakukan perendaman selama waktu tertentu dan secara signifikan tidak merubah sifat-sifat fase ruah polimer. Pada penelitian ini perendaman dilakukan selama 30 menit, sehingga semua sampel yang divariasi dengan kitosan terlapisi sempurna pada permukaan luar membran serat berongga. Sampel yang telah terlapisi sempurna juga dapat dilihat pada uji sebelumnya yaitu SEM, terlihat pada sampel serat berongga PVDF tanpa modifikasi permukaan luar membran serat berongga tampak berwarna putih halus dibandingkan pada permukaan membran serat berongga dengan modifikasi variasi kitosan.

#### 4.3. Hidrofilisitas Membran

Studi mengenai sifat kebasahan suatu membran melibatkan pengukuran yang ditinjau dari nilai sudut kontak, yang menunjukkan derajat kebasahan ketika permukaan membran yang padat berinteraksi dengan air. Sudut kontak kecil



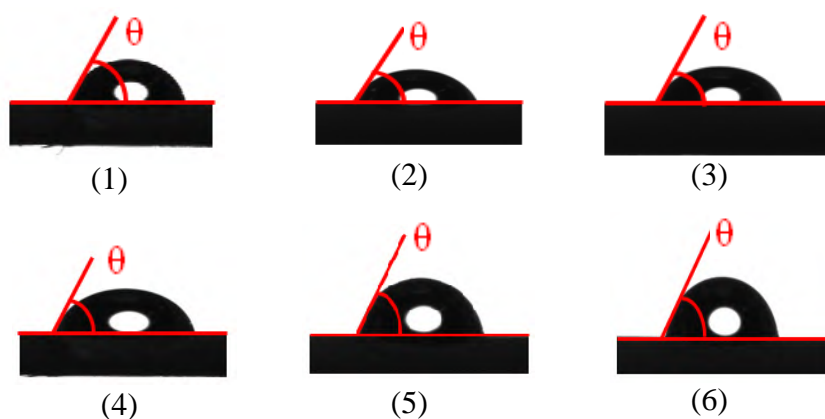
(<90°), menunjukkan tingkat kebasahan yang tinggi atau permukaan membran bersifat hidrofilik (suka air), sedangkan sudut kontak besar (>90°), menunjukkan tingkat kebasahan yang rendah atau permukaan membran bersifat hidrofobik (tidak suka air) (Yuan dan Lee, 2013). Nilai sudut kontak diukur menggunakan alat Goniometer, dimana setiap nilai sudut kontak membran serat berongga dilakukan pada 12 titik, untuk mendapatkan nilai rata-rata sudut kontak pada setiap membran serat berongga (Irfan, dkk., 2014). Data hasil pengukuran rata-rata nilai sudut kontak ditunjukkan pada Gambar. 4.8. dan data digital pengukuran dari setiap membran serat berongga ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.8. Pengaruh Antara Membran Modifikasi Kitosan dan Sudut Kontak

Dari Gambar 4.8. dan Gambar 4.9. dapat dilihat bahwa nilai sudut kontak pada permukaan membran serat berongga PVDF yaitu 90,24°, yang menunjukkan tingkat kebasahan yang dimiliki permukaan membran serat berongga rendah atau bersifat hidrofobik (>90°), hasil sudut kontak pada Gambar. 4.8. diperkuat dengan hasil gambar digital pada Gambar 4.9. yang menunjukkan pembasahan pada

permukaan membran yang tidak sempurna, hal ini dikarenakan sifat alami yang dimiliki oleh membran PVDF, yaitu memiliki sifat hidrofobik (Beppu, dkk., 2009; Boributh, dkk., 2009; Chanachai, dkk., 2010; Azmi, dkk., 2015), pada permukaan membran serat berongga PVDF/K-0,1, nilai sudut kontak pada permukaan membran serat berongga rendah yaitu  $77,22^\circ$ , yang menunjukkan tingkat kebasahan tinggi atau bersifat hidrofilik ( $<90^\circ$ ), didukung juga dengan hasil Gambar. 4.9. yang menunjukkan pembasahan yang sempurna pada permukaan membran serat berongga.



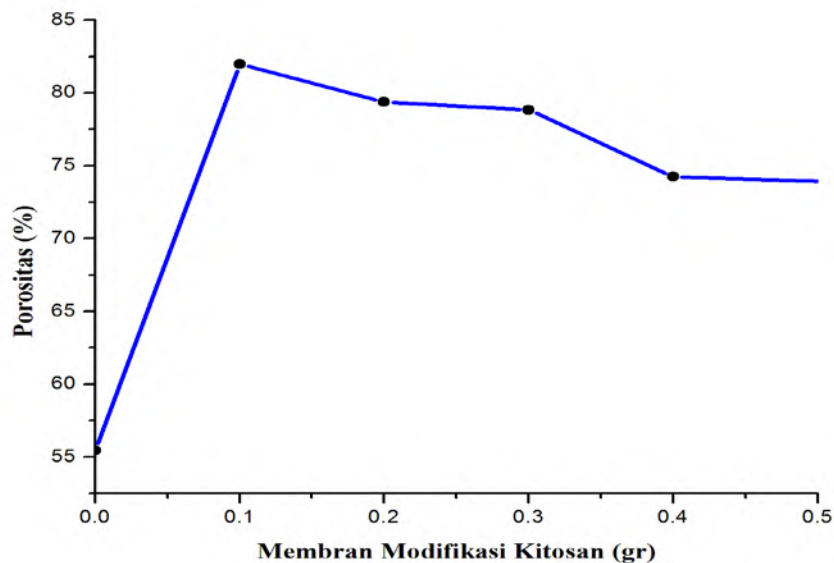
Gambar. 4.9. Hasil Gambar Digital Membran Serat Berongga (1) Membran serat berongga PVDF, (2) Membran PVDF/K-0,1 g, (3) Membran PVDF/K-0,2 g, (4) Membran PVDF/K-0,3 g, (5) Membran PVDF/K-0,4 g, (6) Membran PVDF/K- 0,5 g

Berubahnya sifat membran serat berongga PVDF/K-0,1, seperti pembahasan sebelumnya pada uji FTIR yang disebabkan karena mikropartikel kitosan yang terikat silang sedikit sehingga derajat ikat silang melalui pembentukan ikatan basa Schiff's menurun (Chen, dkk., 2009) yang menyebabkan tingginya kadar pengembangan (*swelling degree*) pada kitosan (Basuki dan Sanjaya, 2009), sehingga membuat interaksi antara kitosan dan air lebih mudah pada permukaan serat berongga (Chanachai, dkk., 2009), sedangkan pada membran serat berongga PVDF/K-0,5, mengalami penurunan nilai kebasahan, seiring banyaknya jumlah variasi massa kitosan yang divariasikan.

Nilai sudut kontak membran serat berongga PVDF/K-0,5 adalah 88, 17°. Hasil sudut kontak ini didukung oleh Gambar 4.9. terlihat dari gambar digital bahwa pembasahan pada permukaan serat berongga tidak sempurna membasahi permukaan serat berongga yang diikat silang dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid atau dengan kata lain permukaan serat berongga PVDF/K-0,5, memiliki sifat semi hidrofobik dan hidrofilik. Penurunan nilai kebasahan yang dihasilkan, seiring bertambahnya massa kitosan yang diberikan, dikarenakan semakin bertambahnya jumlah kitosan yang diberikan, maka derajat ikat silang akan meningkat melalui pembentukan basa Schiff's yang menyebabkan rendahnya kadar penggembungan (*swelling degree*) dari kitosan dan juga dikarenakan proses ikat silang antara kitosan dan glutaraldehid terjadi pada gugus hidrofilik (O-H) sehingga interaksi antara kitosan dan air terganggu. Uji sudut kontak pada permukaan membran juga mempunyai tujuan yaitu, untuk mengetahui proses penyumbatan (*fouling*) berdasarkan sifat permukaan membran serat berongga (hidrofilik dan hidrofobik). Dari hasil uji sudut kontak yang telah dilakukan baik dilakukan dengan merata-ratakan nilai sudut kontak dan gambar digital yang dihasilkan alat goniometer, membran serat berongga PVDF/K-0,5 memiliki sifat menuju hidrofobik (tidak suka air) atau tingkat kebasahan rendah pada permukaan membran. Oleh karena, sifat membran serat berongga dengan variasi massa kitosan 0,5 g menuju hidrofobik ini, sehingga sangat cocok untuk aplikasi minyak dalam pengurangan FFA dari CPO.

#### **4.4. Porositas Membran**

Uji porositas (*swelling*) pada penelitian ini dilakukan menggunakan air. Adapun tujuan pengujian porositas pada membran serat berongga PVDF tanpa modifikasi dan modifikasi adalah untuk mengetahui banyaknya zat cair yang dapat diserap oleh pori-pori membran. Besarnya persen porositas yang dihasilkan, dapat dihitung menggunakan persamaan (2.1). Hasil persen porositas dapat dilihat pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10. Pengaruh Antara Porositas dan Membran Modifikasi Kitosan

Gambar 4.10. menunjukkan hasil uji porositas Membran Serat Berongga PVDF tanpa modifikasi dan membran serat berongga dengan variasi kitosan 0,1, 0,2, 0,3, 0,4 dan 0,5 g. Dari hasil tersebut, membran serat berongga dengan variasi kitosan 0,1 g (PVDF/K-0,1), memiliki persen porositas lebih tinggi yaitu 81,97% dibandingkan pada variasi massa kitosan lainnya, sedangkan pada membran serat berongga PVDF memiliki persen porositas lebih rendah yaitu 55,45%. Tingginya nilai porositas pada membran, seperti pembahasan sebelumnya pada uji FTIR, sudut kontak dan fluks menggunakan air yaitu dikarenakan sifat hidrofilik yang dimiliki oleh membran PVDF/K-0,1, sehingga air dapat berdifusi melalui permukaan membran yang terikat silang dengan kitosan dan glutaraldehyd hingga ke pori-pori membran serat berongga (Chanachai, dkk., 2009). Sedangkan pada membran serat berongga PVDF memiliki sifat hidrofobik, sehingga air tidak dapat berdifusi melalui permukaan membran.

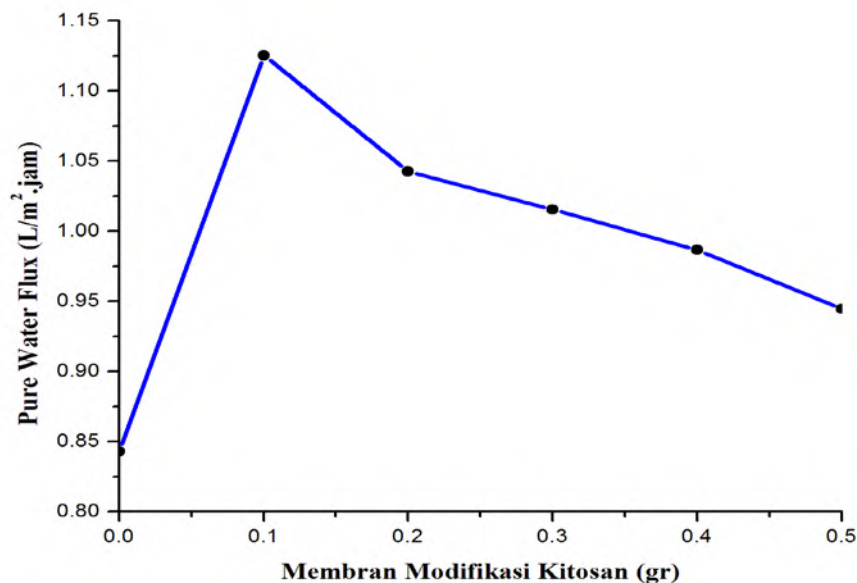
Pada membran PVDF/K-0,5, nilai porositas yang dihasilkan adalah 60,39%, padahal pada pembahasan sebelumnya menggunakan uji sudut kontak membran PVDF/K-0,5, memiliki sifat hidrofilik. Walaupun memiliki sifat

hidrofilik, tetapi karena banyaknya massa kitosan yang diberikan, sehingga menyebabkan lapisan permukaan menjadi tebal. Dikarenakan banyaknya mikropartikel kitosan yang menyelimuti permukaan membran serat berongga, maka ketahanan membran terhadap air meningkat yang mengakibatkan air tidak sampai melewati pori-pori membran serat berongga (Chanachai, dkk., 2009).

#### **4.5. Fluks Air (*Pure Water Flux*) Membran**

Pengujian fluks menggunakan air (*pure water flux*) dilakukan untuk membuktikan kekonsistensian kitosan yang terikat silang oleh pengikat silang glutaraldehid pada permukaan membran hingga pada bagian dalam pori (*lumen*) membran. Pengujian fluks menggunakan air dilakukan menggunakan alat *water permeation (UF) hollow fiber system* yang menggunakan pola alir secara berkelanjutan (*continuous flow*). Pengujian fluks menggunakan air dilakukan selama 2 jam dengan tekanan 3 bar. Hubungan antara fluks menggunakan air dan pada setiap membran serat berongga, baik yang tidak dimodifikasi maupun yang dimodifikasi, dapat dilihat pada Gambar 4.11.

Dari Gambar 4.11. dapat dilihat pada membran serat berongga PVDF tanpa modifikasi memiliki nilai fluks rendah yaitu 0,84 liter/m<sup>2</sup>jam. Rendahnya nilai fluks menggunakan air membran serat berongga PVDF tanpa modifikasi ini, dikarenakan sifat membran PVDF itu sendiri, yaitu hidrofobik (tidak suka air). Oleh karena, sifat membran serat berongga PVDF hidrofobik sehingga air sulit masuk pada pori-pori membran.



Gambar 4.11. Pengaruh Fluks Menggunakan Air dan Membran Modifikasi Kitosan

Sifat hidrofobik yang dimiliki oleh membran serat berongga, sebelumnya sudah diketahui dengan melakukan uji FTIR dan nilai sudut kontak, yaitu  $90,24^\circ$ . Sedangkan pada membran serat berongga dengan variasi massa kitosan 0,1 g (PVDF/K-0,1), menghasilkan nilai fluks tinggi yaitu 1,12 liter/m<sup>2</sup>.jam. Tingginya nilai fluks yang dihasilkan membran serat berongga PVDF/K-0,1 dibandingkan membran serat berongga PVDF, seperti pembahasan sebelumnya pada uji FTIR yang disebabkan karena mikropartikel kitosan yang terikat silang sedikit sehingga derajat ikat silang melalui pembentukan ikatan basa Schiff's menurun (Chen, dkk., 2009) yang menyebabkan tingginya kadar pengembangan (*swelling degree*) pada kitosan (Basuki dan Sanjaya, 2009), sehingga membuat interaksi antara kitosan dan air lebih mudah pada permukaan serat berongga dan dikarenakan difusi molekul air yang melewati lapisan kitosan yang bersifat hidrofilik meningkat, sehingga menyebabkan tingginya nilai fluks (Chanachai, dkk., 2009) serta hasil dari uji sudut kontak yang menyatakan membran serat berongga PVDF/K-0,1, bersifat hidrofilik dengan nilai sudut kontak yang dihasilkan adalah  $77,22^\circ$ . Chanachai, dkk (2009) melaporkan bahwa melapisi

(*coating*) membran dengan polimer yang bersifat hidrofilik dapat meningkatkan sifat hidrofilisitas dari permukaan membran. Pada membran serat berongga PVDF/K-0,5, yang memiliki massa kitosan yang tinggi, menghasilkan nilai fluks 0,94 liter/m<sup>2</sup>jam. Rendahnya nilai fluks pada membran serat berongga PVDF/K-0,5, dikarenakan banyaknya massa kitosan yang diberikan sehingga menyebabkan lapisan permukaan menjadi tebal dikarenakan banyaknya mikropartikel kitosan menyelimuti permukaan membran serat berongga yang dapat meningkatkan ketahanan membran terhadap aliran (Chanachai, dkk., 2009). Semakin banyak jumlah massa kitosan yang diberikan maka, semakin kecil nilai fluks (*pure water flux*) yang dihasilkan.

#### 4.7. MWCO Membran

*Molecular weight cut off* (MWCO) adalah istilah yang digunakan untuk menjelaskan ukuran pori, yang dapat direjeksi oleh membran sebesar 80 atau 90%, berdasarkan berat massa zat terlarut (Cleveland, dkk., 2002). Konsep MWCO berdasarkan pada rejeksi molekul zat terlarut yang didapatkan besar (80 atau 90%), dikarenakan adanya peningkatan berat massa zat terlarut. Besarnya rejeksi zat terlarut yang didapatkan, disebabkan oleh dampak penyaringan (*sieving effects*), karena adanya hambatan ruang (*steric hindrance*) yang banyak pada membran dan rejeksi molekul dilakukan oleh membran itu sendiri, bukan karena molekul-molekul zat terlarut yang berukuran kecil serta adanya difusi dari molekul-molekul zat terlarut (Bellona, dkk., 2004). Zat terlarut (*solute*) yang digunakan pada penelitian ini adalah PEG dengan berat molekul 3,4 kDa dan BSA 45 kDa.

Tabel 4.3. Hasil Perhitungan MWCO PEG 3,4 kDa dan BSA 45 kDa

| Simbol Membran | Membran Serat Berongga | Rejeksi Zat Terlarut (%) |             |
|----------------|------------------------|--------------------------|-------------|
|                |                        | BSA 45 kDa               | PEG 3,4 kDa |
| 1              | PVDF                   | 38,23                    | 22,76       |
| 2              | PVDF/K-0,1             | 82,42                    | 8,89        |
| 3              | PVDF/K-0,5             | 63,35                    | 13,40       |

Dari Tabel 4.3. Hasil Perhitungan MWCO PEG 3.4 kDa dan BSA 45 kDa, terlihat bahwa pada membran serat berongga PVDF/K-0,1, memiliki nilai rejeksi zat terlarut 82,41% dari zat terlarut BSA 45 kDa dibandingkan menggunakan zat terlarut PEG 3,4 kDa yang memiliki nilai rejeksi zat terlarut 8,89%.

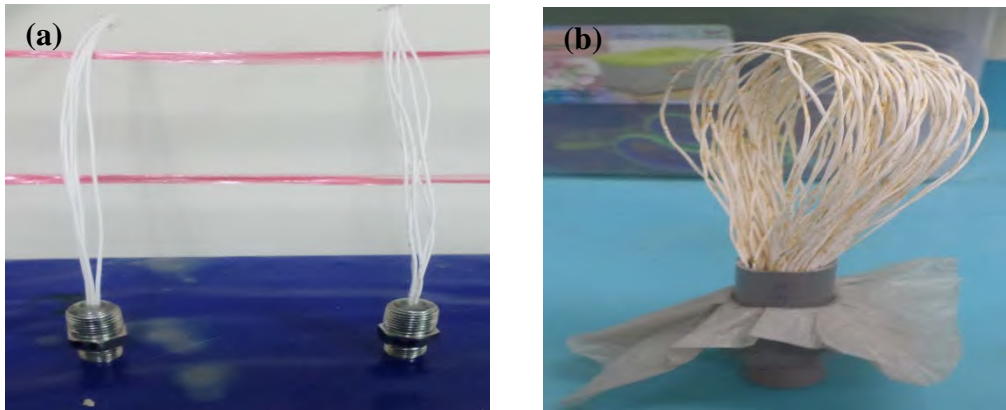
Tingginya nilai rejeksi zat terlarut pada membran PVDF/K-0,1, dikarenakan jumlah kitosan yang terdapat pada permukaan luar membran serat berongga sedikit, sehingga membuat permukaan membran serat berongga PVDF/K-0,1, menjadi hidrofilik, sehingga membuat zat terlarut dapat melewati pori-pori membran serat berongga melalui permukaan luar membran (Azmi, dkk., 2015). Dibandingkan pada membran serat berongga PVDF/K-0,5, yang memiliki sifat semi hidrofilik dan juga dikarenakan deposit kitosan yang tebal pada permukaan luar membran serat, yang membuat zat terlarut sedikit sulit melewati pori-pori membran. Sedangkan pada zat terlarut PEG 3,4 kDa, nilai rejeksi membran serat berongga PVDF/K-0,1 yaitu 8,89%, ini disebabkan karena molekul zat terlarut memiliki ukuran yang kecil sehingga dapat melewati pori-pori dengan mudah dan dikarenakan sedikitnya jumlah kitosan yang terdeposit pada permukaan luar membran yang membuat interaksi antara molekul zat terlarut PEG dan kitosan kecil (Boributh, dkk., 2009). Dari hasil rejeksi zat terlarut, PEG 3,4 kDa dan BSA 45 kDa, didapatkan MWCO atau ukuran pori pada membran serat berongga yang terikat silang dengan kitosan dan pengikat silang glutaraldehid adalah 45 kDa.

#### **4.7. Fluks Minyak dan Rejeksi FFA**

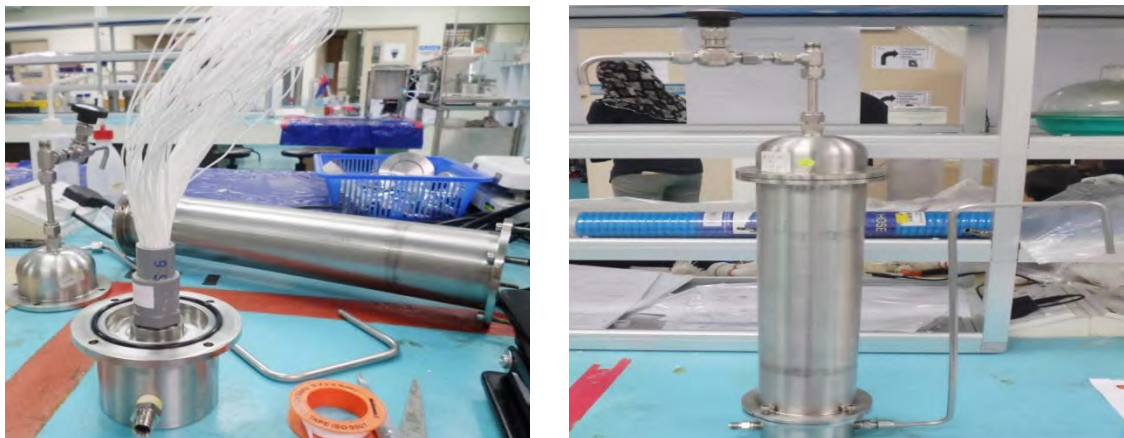
Nilai fluks minyak dan rejeksi FFA diperoleh setelah dilakukan aplikasi menggunakan minyak kelapa sawit mentah (CPO) menggunakan alat sistem *dead-end*. Sebelum membran dilakukan aplikasi, pertama sekali membran serat berongga dibuat modul. Cara pembuatan modul, seperti pada BAB III sebelumnya, yaitu menggunakan tabung PVC dan epoxy (hardener dan resin) dengan rasio epoxy 1:2, dikeringkan sampai 24 jam, seperti terlihat pada Gambar 4.12. (a) dan (b). Kemudian modul yang telah kering, seperti terlihat pada Gambar



4.12. (b), dimasukkan kedalam alat aplikasi sistem *dead-end*, seperti terlihat pada Gambar 4.13 dan kemudian mendapatkan permeat minyak yang ditampung pada gelas beker dan ditentukan fluks minyak dan rejeksi FFA dengan waktu tertentu.



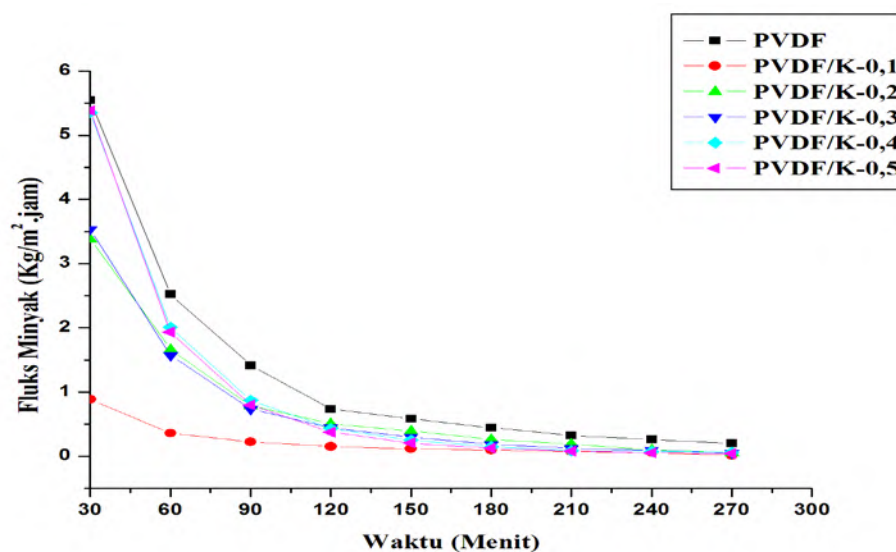
Gambar 4.12. Modul Membran Serat Berongga (a) Modul Untuk Fluks Air, (b) Modul Untuk Aplikasi Penurunan FFA.



Gambar 4.13. Alat Aplikasi Sistem *Dead-End*

Dari Gambar 4.14. terlihat bahwa fluks pada membran PVDF dan variasi kitosan dari 0,1 – 0,5 g, mengalami penurunan seiring lamanya waktu yang diberikan. Pada membran PVDF tanpa modifikasi terlihat fluks minyak yang dihasilkan tinggi pada 30 menit pertama, yaitu 5,55 Kg/m<sup>2</sup>jam, dikarenakan sifat hidrofobik yang dimiliki membran PVDF yang ditandai dengan hasil sudut kontaknya adalah 90,24°, sehingga minyak dapat melewati pori-pori membran. Pada membran serat berongga PVDF/K-0,1, mengalami penurunan pada 30 menit

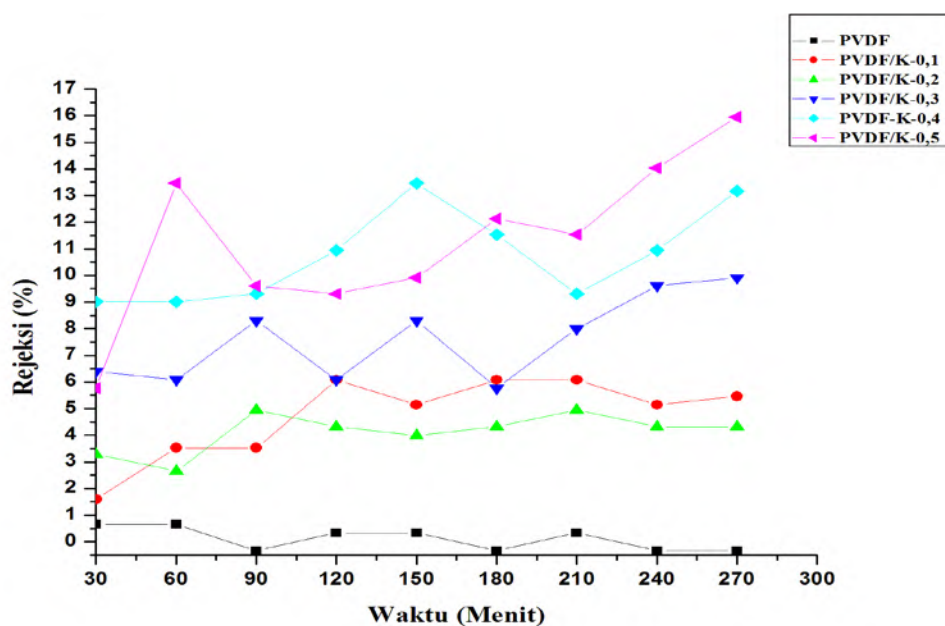
pertama, yaitu  $0,89 \text{ Kg/m}^2\text{jam}$ . Hal ini disebabkan karena pada membran serat berongga PVDF/K-0,1, kitosan tidak *ter-coating* dengan sempurna. Mengakibatkan, lapisan kitosan pada permukaan membran PVDF menjadi tipis sehingga merubah sifat hidrofobik PVDF menjadi hidrofilik, yang menyebabkan minyak sulit melewati pori-pori membran, sedangkan pada membran serat berongga PVDF/K-0,2- K-0,5, lapisan kitosan pada permukaan membran PVDF tebal seiring meningkatnya variasi kitosan yang diberikan pada saat proses ikat silang dengan glutaraldehyd (Chanachai, dkk. (2010) dan Beppu, dkk. (2007)). Alasan ini diperkuat juga dengan hasil sudut kontak yang dimiliki oleh masing-masing membran serat berongga PVDF/K-0,1 – K-0,5 yaitu  $77,22^\circ$ ,  $83,89^\circ$ ,  $83,78^\circ$ ,  $84,52^\circ$ , dan  $88,17^\circ$  secara berurutan, yang merupakan hidrofilik, dibandingkan dengan neat pvdf berkisar  $90,24^\circ$  yang bersifat hidrofobik.



Gambar 4.14. Hubungan Antara Membran Dengan Fluks Minyak Terhadap Waktu

Hasil yang serupa juga dilaporkan oleh Azmi, dkk (2015) yaitu, dikarenakan sifat hidrofilik yang dimiliki oleh PVA (Polivinil alkohol) yang terikat silang pada permukaan membran PVDF, menyebabkan rendahnya nilai fluks minyak dari CPO yang diperoleh dibandingkan pada membran PVDF tanpa terikat silang. Membran modifikasi ikat silang dengan kitosan dan glutaraldehyd,

dapat bertahan selama 4,5 jam dan terlihat stabil dibandingkan pada membran PVDF tanpa modifikasi yang mengalami penurunan seiring bertambahnya waktu, seperti terlihat pada Gambar. 4.14. dibandingkan pada penelitian sebelumnya yang dilakukan Azmi, dkk (2015), membran serat berongga termodifikasi, hanya dapat bertahan selama 3 jam. Dari sini dapat dilihat bahwa dengan menggunakan kitosan yang terikat silang dengan glutaraldehid, dapat menambah waktu hidup (*lifetime*) membran PVDF. Lamanya waktu hidup (*lifetime*) pada membran, mengindikasikan lamanya terbentuk penyumbatan (*fouling*) yang terjadi pada pori-pori membran. Dari hasil penelitian terlihat bahwa, penyumbatan (*fouling*) dapat ditahan selama 4,5 jam dibandingkan pada penelitian Azmi, dkk. (2015), yang dapat menahan penyumbatan (*fouling*) selama 3 jam. Morfologi membran serat berongga PVDF tanpa modifikasi dan modifikasi kitosan dan glutaraldehid yang mengalami penyumbatan (*fouling*) dapat dilihat pada hasil FE-SEM.



Gambar 4.15. Hubungan Antara Membran Terhadap Rejeksi FFA Dan Waktu

Dari Gambar 4.15. terlihat bahwa %rejeksi FFA dari CPO menggunakan membran PVDF tanpa modifikasi dan modifikasi variasi kitosan, mengalami fluktuasi seiring bertambahnya waktu. Rejeksi yang dihasilkan pada konsentrasi kitosan 0,1, 0,2, 0,3, 0,4 dan 0,5, mengalami peningkatan, dikarenakan kitosan yang terikat silang dengan glutaraldehid terlapis dengan baik pada permukaan

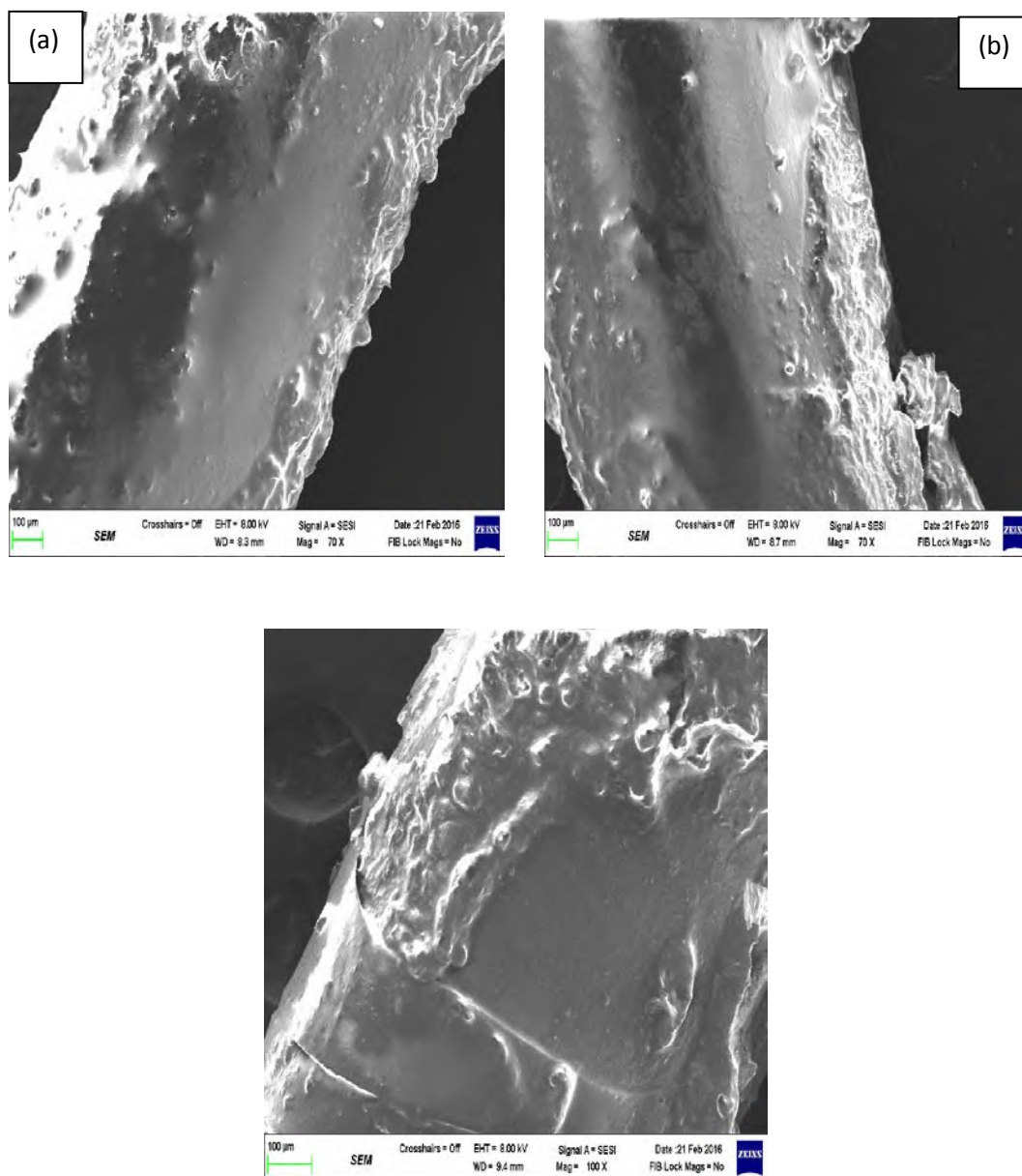
membran PVDF, sedangkan pada membran PVDF tanpa modifikasi tidak adanya FFA yang terejeksi. Pada variasi membran serat berongga PVDF/K-0,4 dan K-0,5, diperoleh persen rejeksi (%R), yaitu 10,94% dan 15,94%, secara berurutan. Tingginya persen rejeksi yang dihasilkan variasi membran serat berongga PVDF/K-0,4 dan K-0,5, dikarenakan tebalnya lapisan ikat silang kitosan dan glutaraldehyd pada permukaan membran PVDF sehingga jumlah gugus aktif amino yang dimiliki oleh kitosan bertambah yang menyebabkan banyaknya gugus amino yang dapat berinteraksi dengan molekul FFA. Interaksi antara kitosan dan FFA akan menghasilkan garam ammonium dapat dan menghasilkan garam ammonium, seperti terlihat pada Gambar 2.8

#### **4.8. FE – SEM (*Field Emission Scanning Electron Microscopy*)**

Uji FE-SEM dilakukan setelah aplikasi. Hasil pengujian dengan FE-SEM, menghasilkan morfologi membran serat berongga PVDF tanpa modifikasi dan dengan modifikasi variasi kitosan, dari hasil gambar FE-SEM, baik dilihat dari permukaan dan penampang lintang, akan terlihat molekul minyak yang terjebak pada pori-pori membran yang menyebabkan penyumbatan (*fouling*) yang terjadi pada membran.

Dari Gambar 4.16. dan 4.17. terlihat bahwa baik permukaan membran PVDF (a), variasi membran serat berongga PVDF/K-0,1 (b), dan variasi membran serat berongga PVDF/K-0,5 (c), tertutupi oleh CPO yang memiliki viskositas tinggi, lengket dan warna kuning cerah (Azmi, dkk (2015)), sehingga membuat hasil gambar menggunakan FE-SEM menjadi tidak jelas. Pada hasil gambar permukaan (a), dapat dilihat CPO sangat tebal melapisi permukaan membran, begitu juga dengan hasil gambar (c), CPO tebal melapisi permukaan membran serat berongga PVDF/K-0,5, dibandingkan pada membran serat berongga PVDF/K-0,1. Hal ini dikarenakan sifat yang dimiliki membran PVDF yaitu hidrofobik ( $90,24^\circ$ )

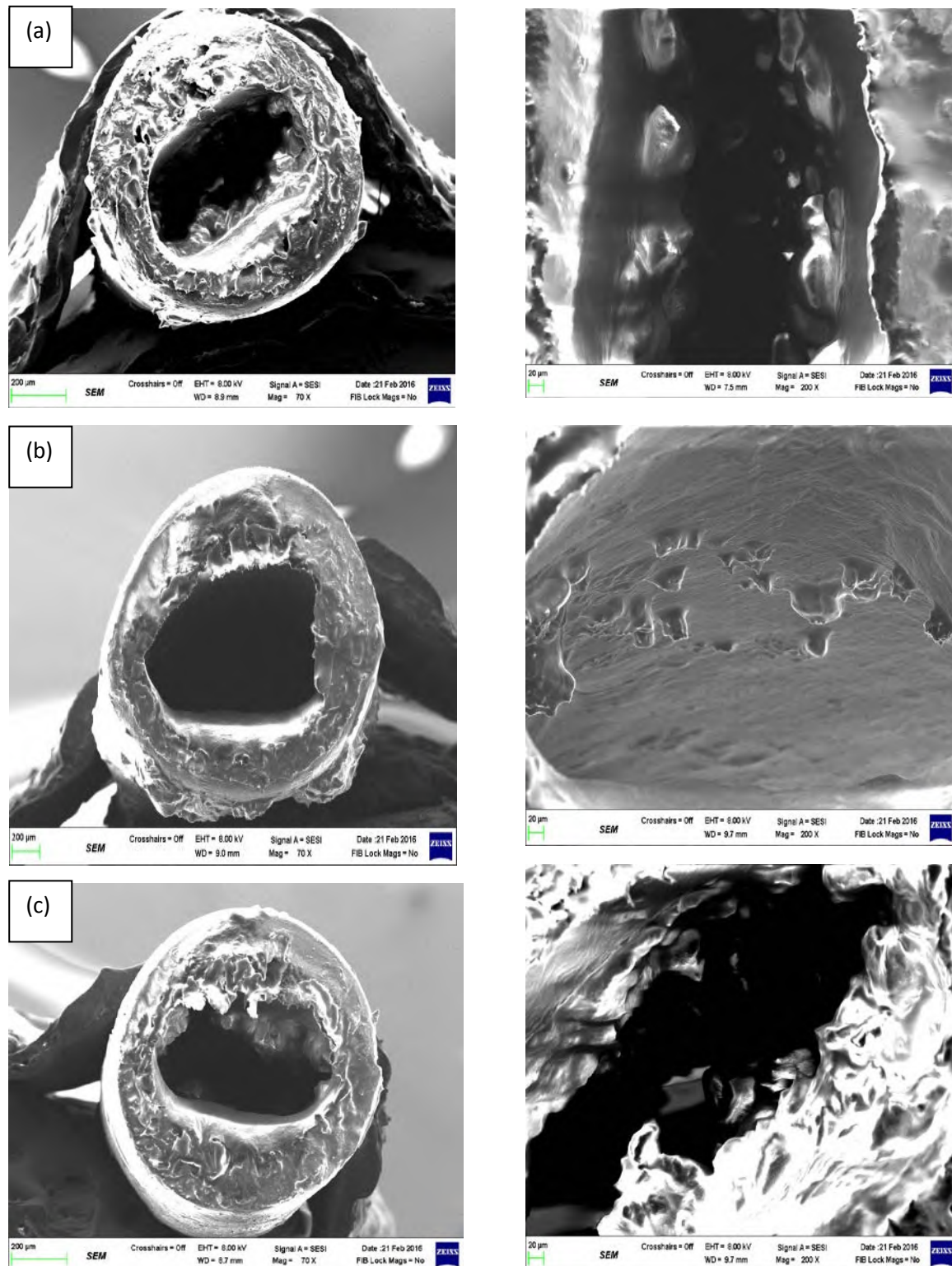
begitu juga pada membran PVDF/K-0,5, yang hampir mendekati sifat hidrofobik ( $88,17^\circ$ ) dibandingkan dengan membran PVDF/K-0,1, yang memiliki sifat hidrofilik ( $77,22^\circ$ ).



Gambar 4.16. Morfologi FE-SEM Dari Permukaan (a) Membran PVDF, (b) PVDF/K-0,1, dan (c) PVDF/K-0,5

Fenomena ini juga terlihat dari Gambar. 4.17. bahwa dari penampang lintangnya, semua pori-pori membran tertutupi oleh CPO. Pada gambar (a) terlihat bahwa minyak menutupi pori-pori membran PVDF tanpa modifikasi, fenomena ini menandakan bahwa minyak sangat mudah melewati pori-pori membran dikarenakan sifat hidrofobiknya, sehingga fluks minyak dihasilkan tinggi, dikarenakan minyak sangat mudah melewati pori-pori membran, maka penyumbatan cepat terjadi yang ditandai dengan menurunnya nilai fluks minyak pada waktu tertentu. Pada gambar (c), terlihat terdapat molekul minyak yang terjebak pada pori-pori membran, molekul minyak yang terjebak pada gambar (c) seperti granulat, fluks minyak yang dihasilkan tinggi dan waktu hidup (*lifetime*) membran menjadi lama, sehingga penyumbatan (*fouling*) dapat diminimalisasi dibandingkan pada gambar (b), terlihat bahwa molekul minyak sangat susah menembus pori-pori membran, sehingga terlihat jelas bahwa molekul minyak seperti bentuk granulat yang ada pada dinding dalam membran sangat sedikit jumlahnya. Fenomena ini yang menyebabkan rendahnya fluks minyak dan rendahnya rejeksi FFA, dikarenakan sifat yang dimiliki membran serat berongga PVDF dengan membran serat berongga PVDF/K-0,1 adalah hidrofilik.





Gambar 4.17. Morfologi Penampang Lintang Hasil FE-SEM (a) Membran PVDF, (b) PVDF/K-0,1, dan (c) PVDF/K-0,5

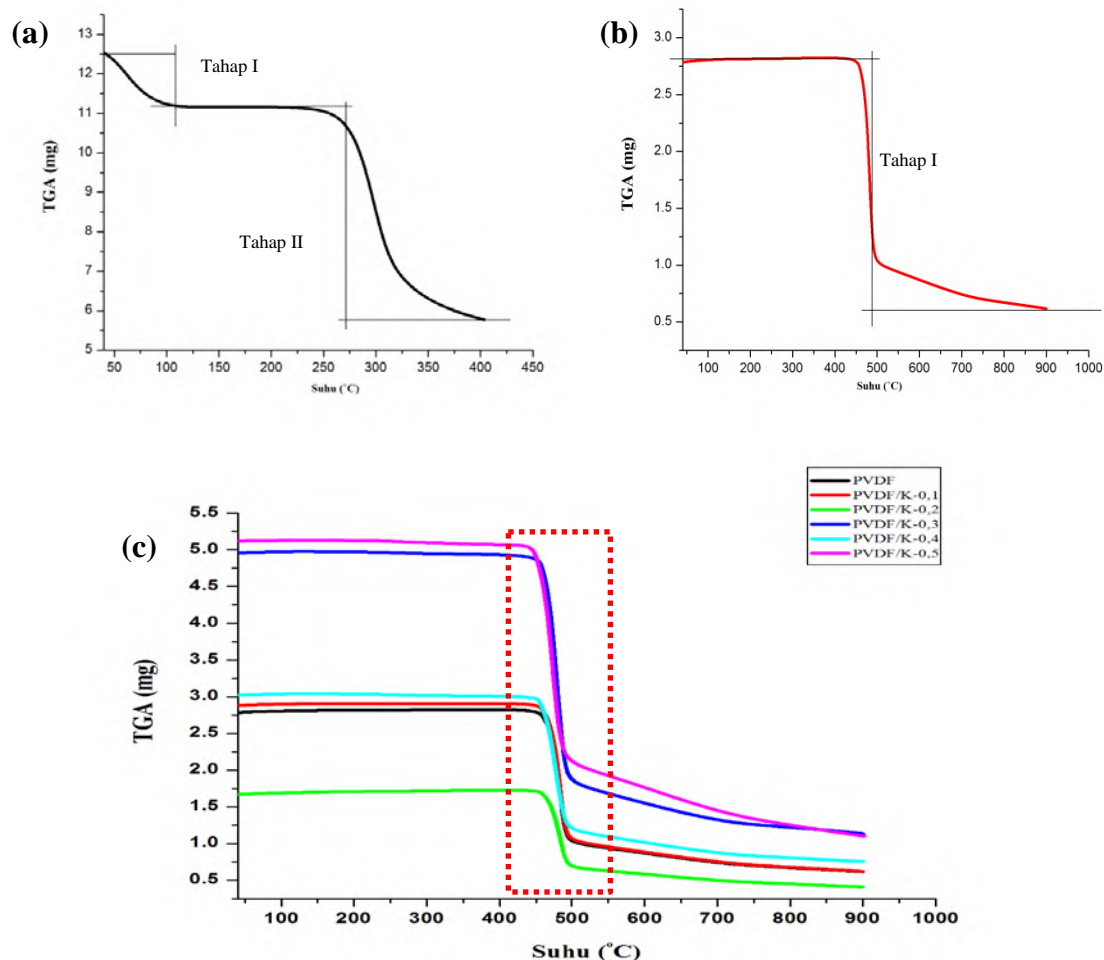
#### 4.9. Stabilitas Termal Serat Berongga Membran



Uji TGA dilakukan untuk mengukur perubahan berat dari sampel membran serat berongga tanpa modifikasi dan dengan modifikasi sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu. Analisis TGA dilakukan dengan laju pemanasan  $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$  antara  $40^{\circ}\text{C}$  -  $400^{\circ}\text{C}$  pada kitosan dan  $40^{\circ}\text{C}$  -  $900^{\circ}\text{C}$  untuk PVDF dan variasi kitosan 0,1-0,5 g.

Gambar 4.18. (a) merupakan termogram dari kitosan, yang menunjukkan dekomposisi massa pada tahap I sebesar 1,47 mg (11,69%) dan tahap II sebesar 5,39 mg (42,66%), yang menunjukkan penurunan massa dikarenakan kehilangan air yang diakibatkan oleh pemanasan (Beppu, dkk (2007)). Kitosan mampu bertahan pada suhu  $250^{\circ}\text{C}$  dan mulai menurun tajam hingga suhu  $400^{\circ}\text{C}$  sedangkan pada Gambar (b) pada membran serat berongga PVDF tanpa modifikasi, terlihat bahwa massa membran stabil pada suhu  $420^{\circ}\text{C}$  dan mengalami dekomposisi massa secara tajam sebesar 2,1370 mg (77,20%) pada suhu  $500^{\circ}\text{C}$  begitu juga pada Gambar (c) pada membran modifikasi variasi kitosan, yang menunjukkan membran PVDF stabil pada suhu  $450^{\circ}\text{C}$ , kemudian terjadi dekomposisi masa yang tajam pada suhu  $500^{\circ}\text{C}$  hingga membran berubah menjadi arang pada suhu  $900^{\circ}\text{C}$ .

Pada membran yang telah dimodifikasi ikat silang terlihat lebih stabil terhadap suhu dibandingkan dengan membran tanpa modifikasi yang terlihat dari Gambar 4.18. (c), menunjukkan bahwa dekomposisi massa tidak terlalu tajam menurun.



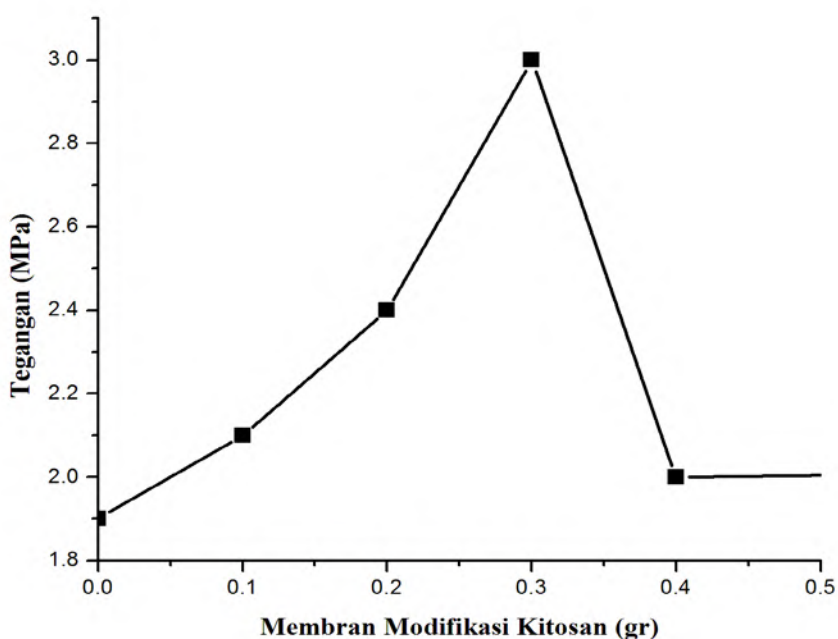
Gambar 4.18. Termogram TGA (a) Kitosan, (b) Membran Serat Berongga PVDF, (c) Gabungan Membran Serat Berongga Termodifikasi Dan Tidak Modifikasi

Hasil serupa dilaporkan Azmi, dkk (2015) yang menyatakan dekomposisi massa membran matriks (membran PVDF tanpa modifikasi ikat silang) lebih tajam dibandingkan pada membran PVDF dengan ikat silang. Dari sini dapat dikatakan bahwa membran dengan modifikasi ikat silang dapat menambah ketahanan terhadap suhu dibandingkan pada membran PVDF tanpa modifikasi ikat silang (Du, dkk (2009)).

#### 4.10. Kekuatan Tarik Membran

Uji kuat tarik dari membran serat berongga PVDF tanpa modifikasi dan modifikasi dengan variasi kitosan dilakukan dengan kecepatan 10 mm/min dengan panjang 10 cm pada suhu ruang untuk setiap sampel.

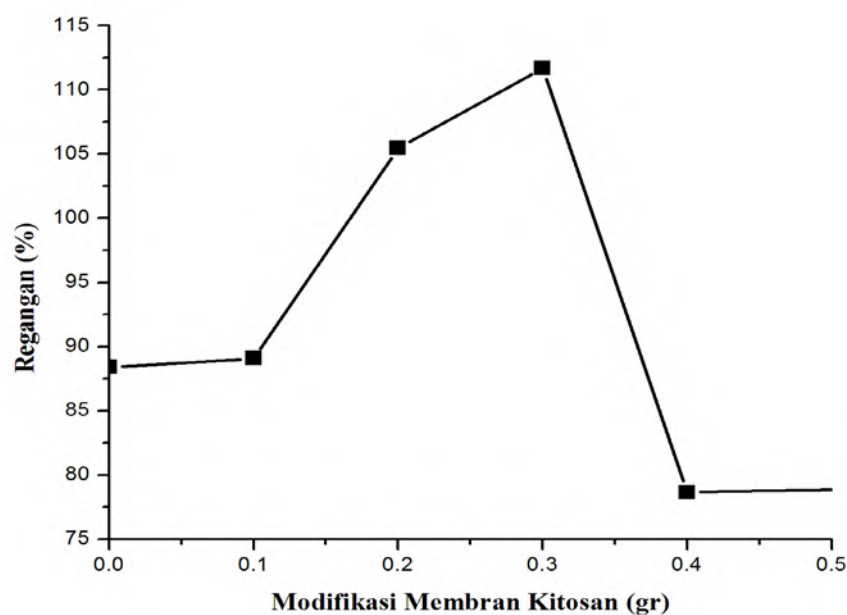
Dari Gambar 4.19 dan 4.20. terlihat bahwa pada membran PVDF tanpa modifikasi nilai tegangan 1,9 MPa dan regangan 88,40%, dikarenakan sifat membran PVDF yang kaku, sedangkan untuk membran PVDF dengan modifikasi kitosan mengalami peningkatan yaitu pada variasi kitosan 0,1 g, nilai tegangan 2,1 MPa dan regangan 89,07%, variasi kitosan 0,2 g, nilai tegangan 2,4 MPa dan regangan 105,45%, begitu juga pada variasi kitosan 0,3 g, nilai tegangan 3,0 MPa dan regangan 111,70%.



Gambar 4.19. Hubungan Antara Membran Dengan Tegangan

Peningkatan nilai tegangan dan regangan pada membran PVDF dikarenakan semakin banyak ikatan hidrogen dari kitosan dan glutaraldehid pada permukaan membran serat berongga PVDF, sehingga ikatan kimianya semakin kuat dan sulit untuk diputus karena memerlukan energi yang besar untuk memutus

ikatan tersebut (Uragami, dkk (1994); Yu, dkk. (2006)). Namun pada variasi kitosan 0,4 dan 0,5 g, cenderung mengalami penurunan tegangan dan regangan yaitu 2,0 MPa, 2,2 MPa dan 78,65% dan 87,38% secara berurutan. Hal ini dikarenakan, banyaknya jumlah kitosan yang terikat silang dengan glutaraldehid, sehingga menyebabkan menurunnya sifat keelastisan dan menjadi lebih rapuh (Schiffman, dkk (2006)).



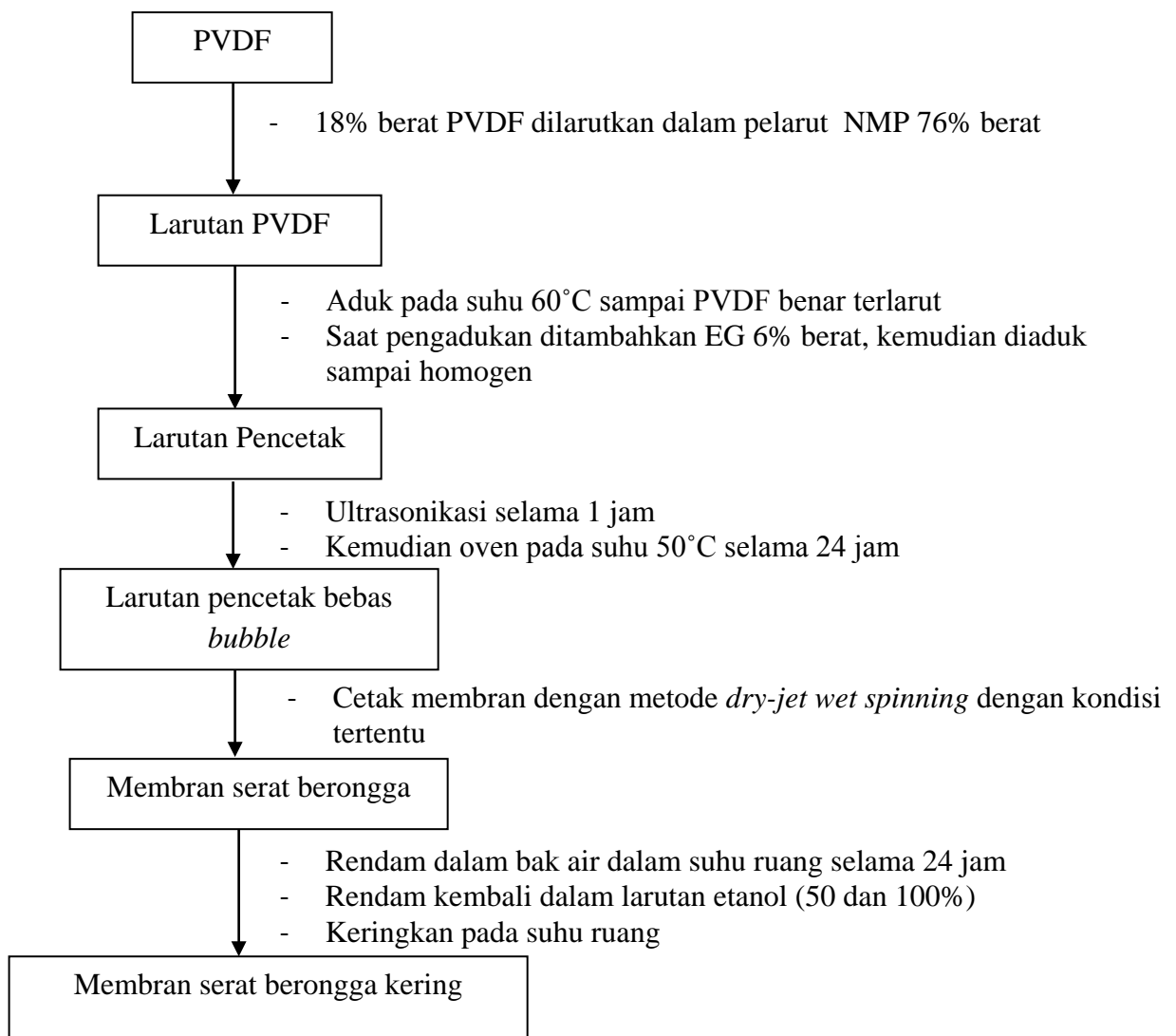
Gambar 4.20. Hubungan Antara Membran Dengan Regangan

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

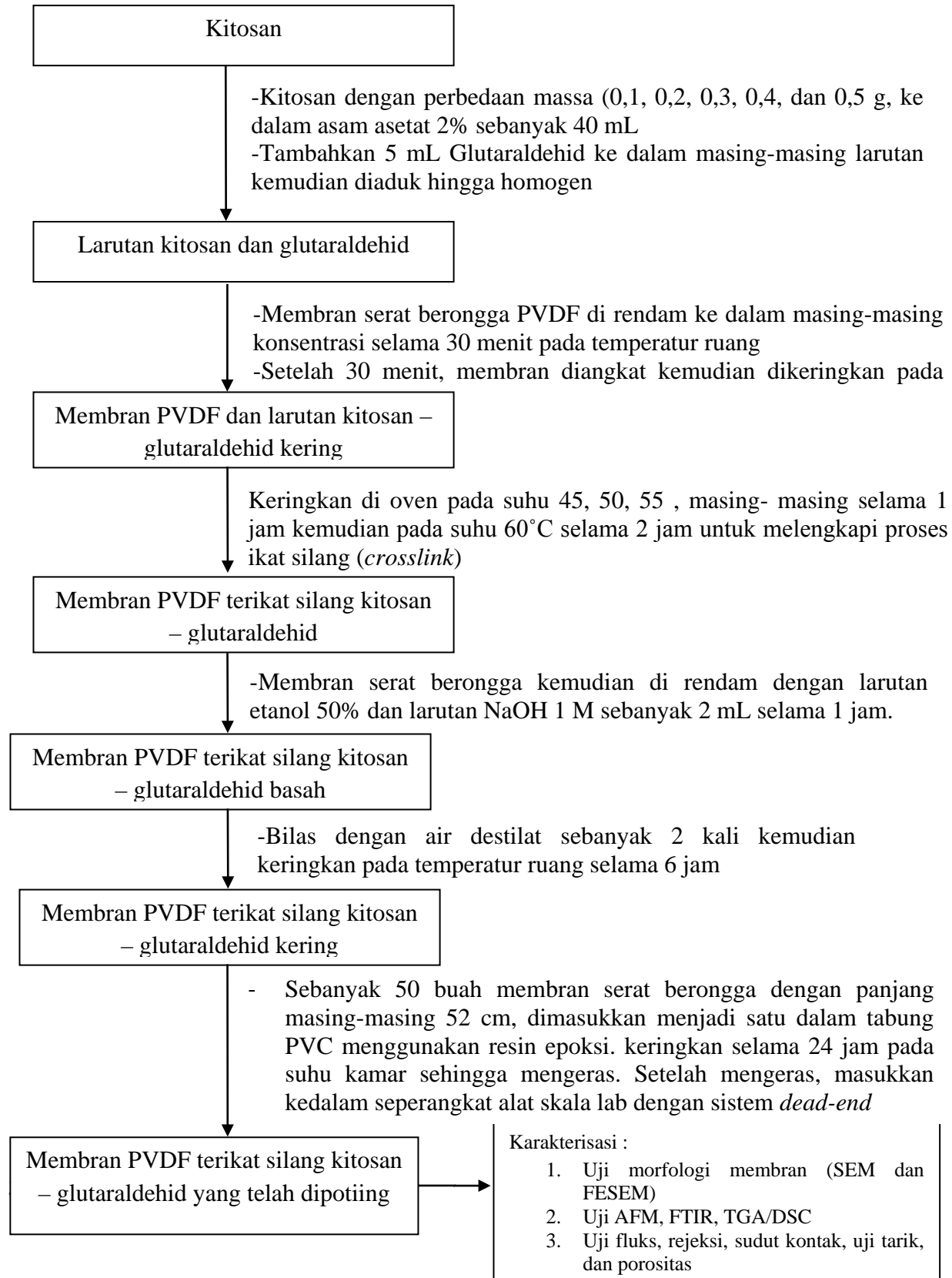
## LAMPIRAN A

### SKEMA KERJA

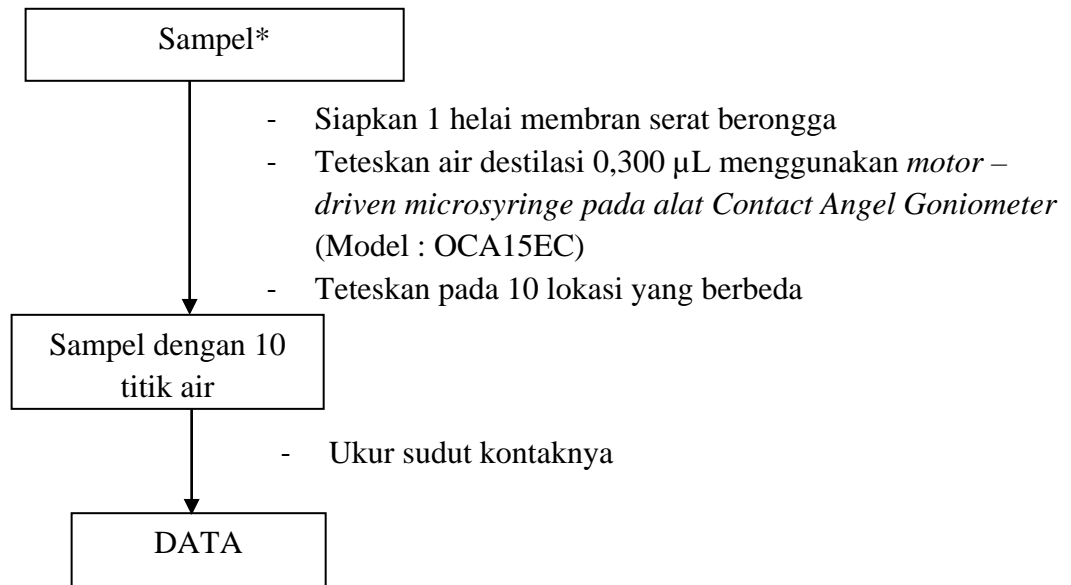
#### 1. Preparasi Membran Serat Berongga PVDF



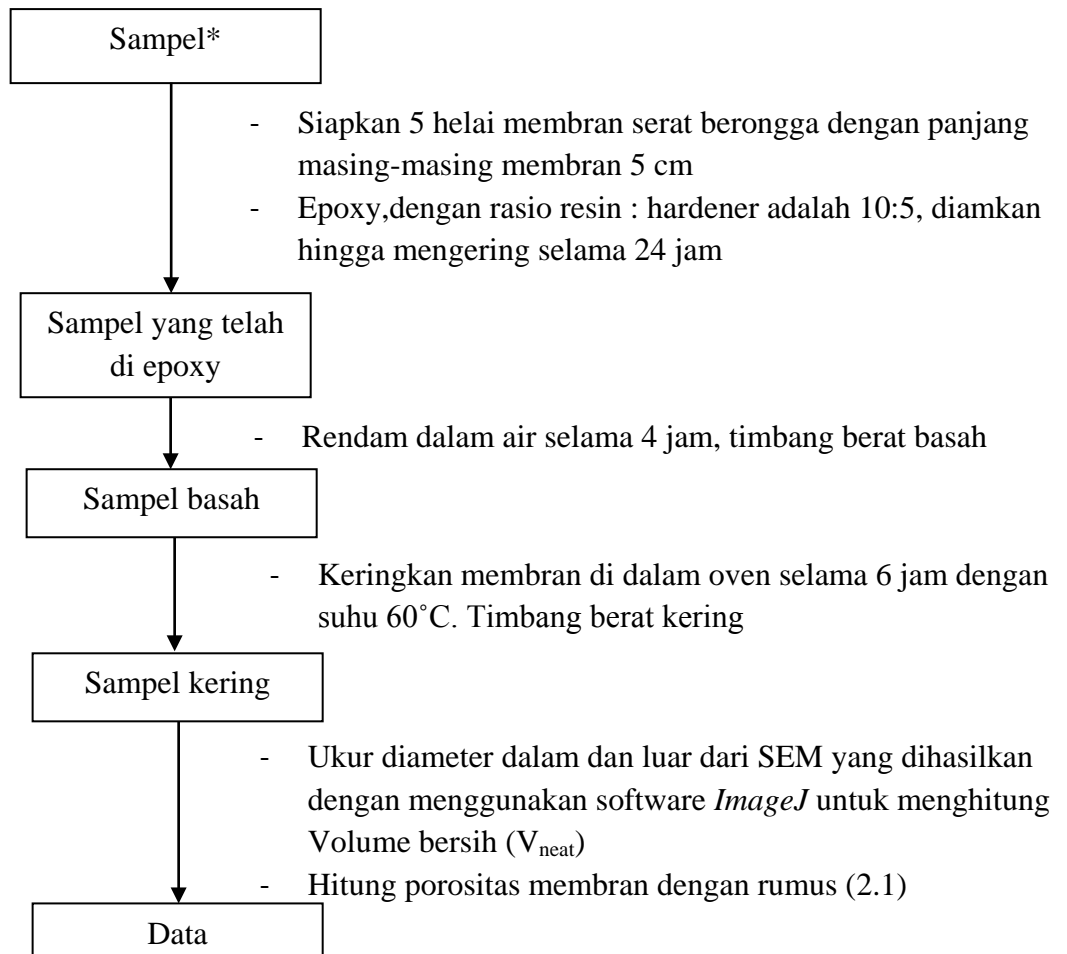
## 2. Preparasi Membran Serat Berongga PVDF dengan Kitosan dan Pengikat Silang Glutaraldehid



### 3.1. Uji Sudut Kontak Membran Serat berongga



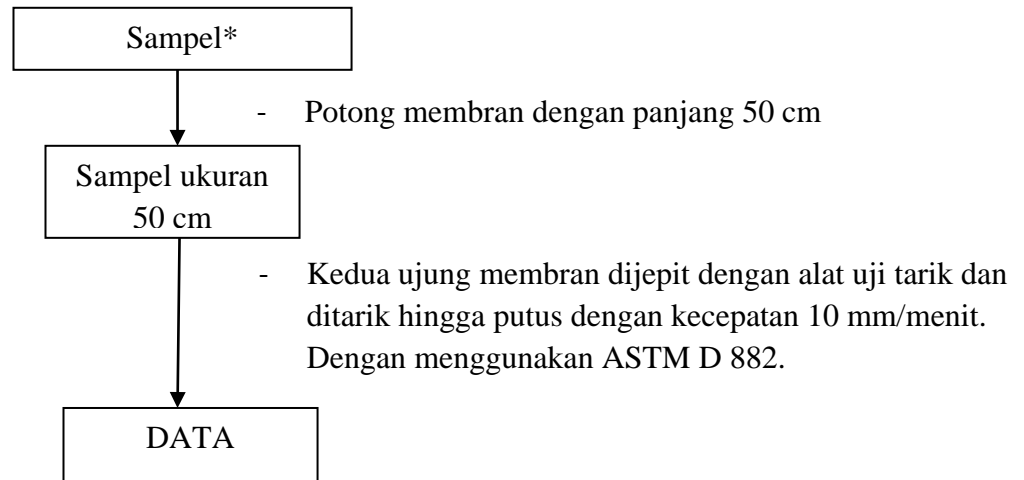
### 3.2. Uji Porositas Membran Serat berongga



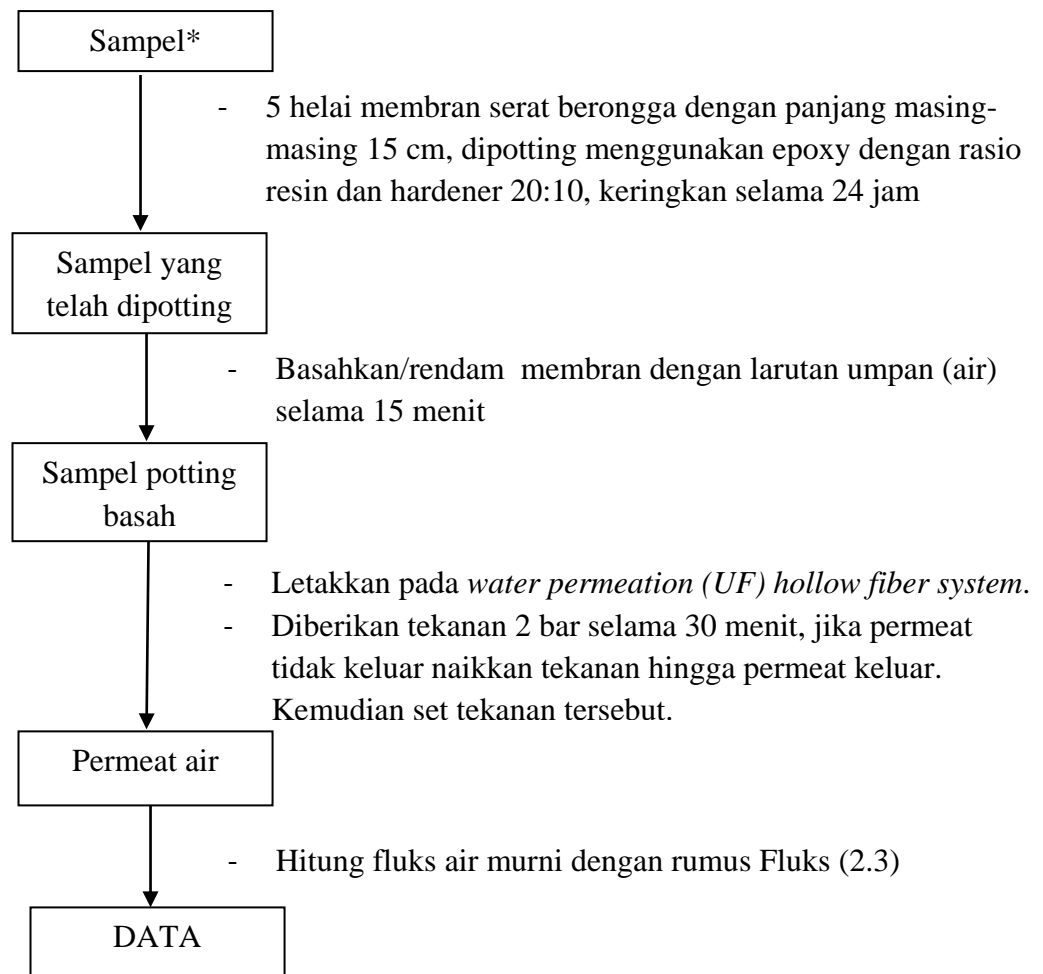
\* PVDF, CS 0,1, CS 0,2, CS 0,3, CS 0,4, CS 0,5



### 3.3. Uji Tarik Membran Serat Berongga

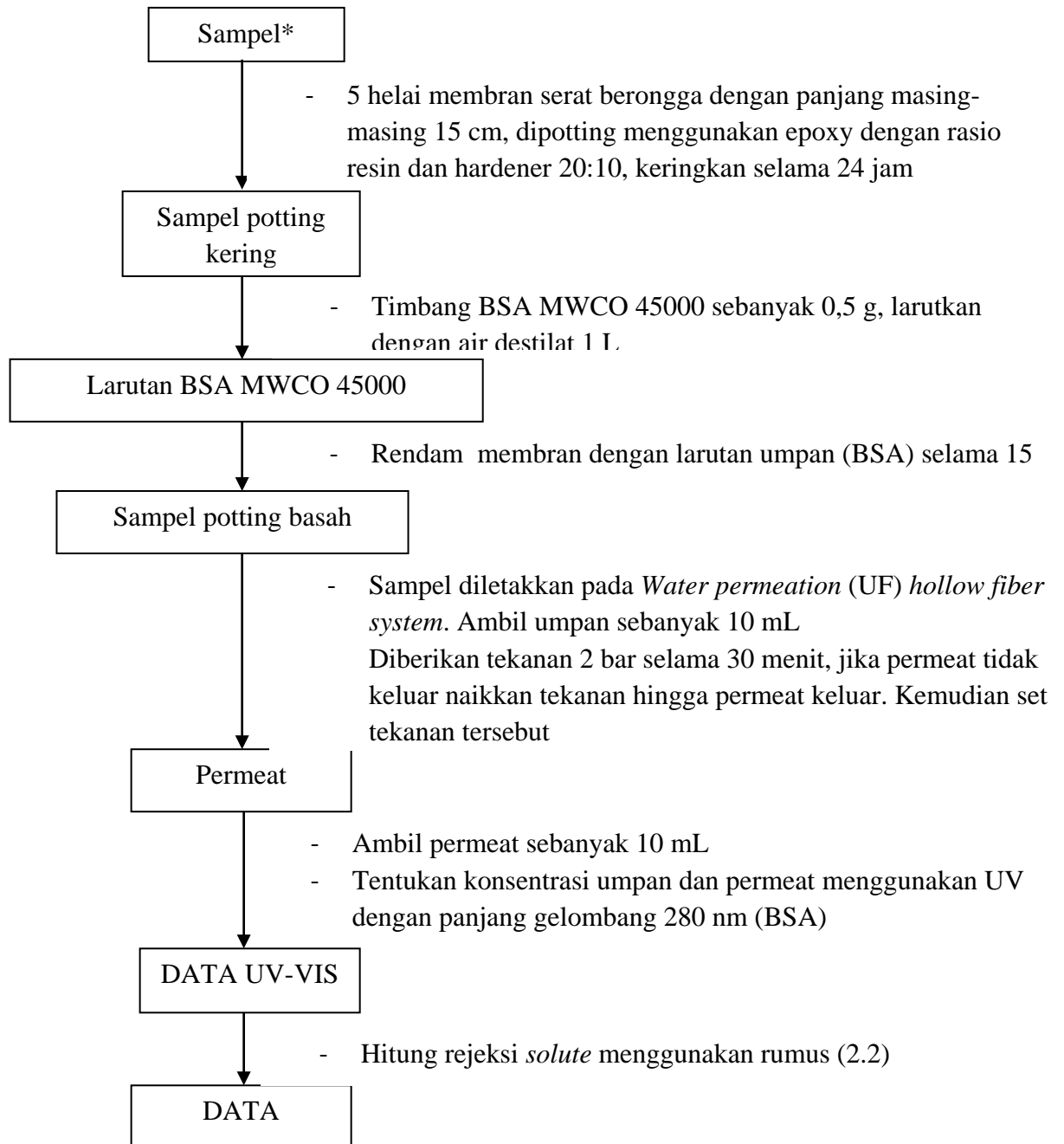


### 3.4. Penentuan Fluks Air Murni (*Pure Water Flux*)



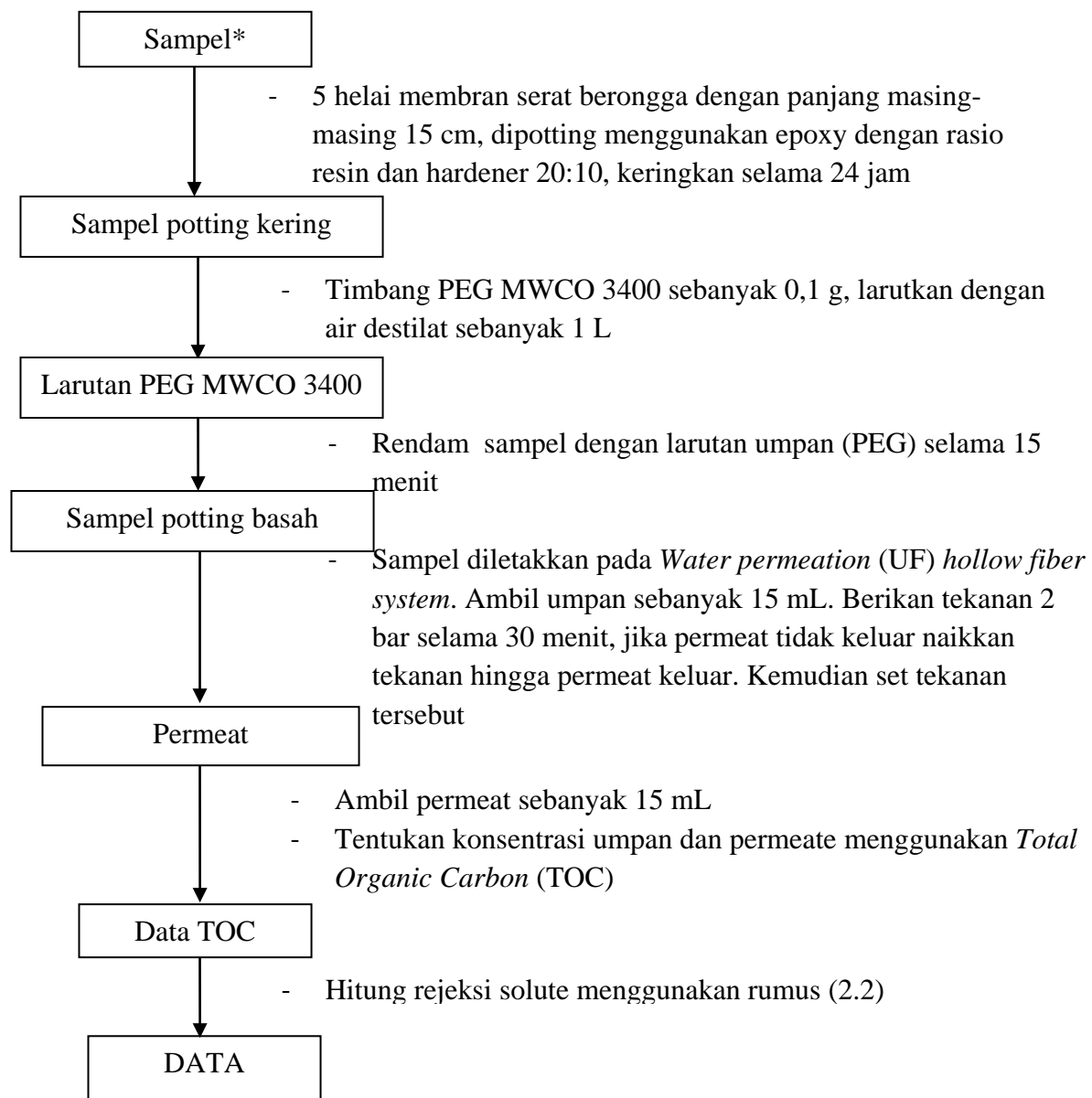
### 3.5. Penentuan *Molecular Weight Cut Off* (MWCO)

#### 3.5.1. Menggunakan Bovine Serum Albumin (BSA) MWCO 45000 Da



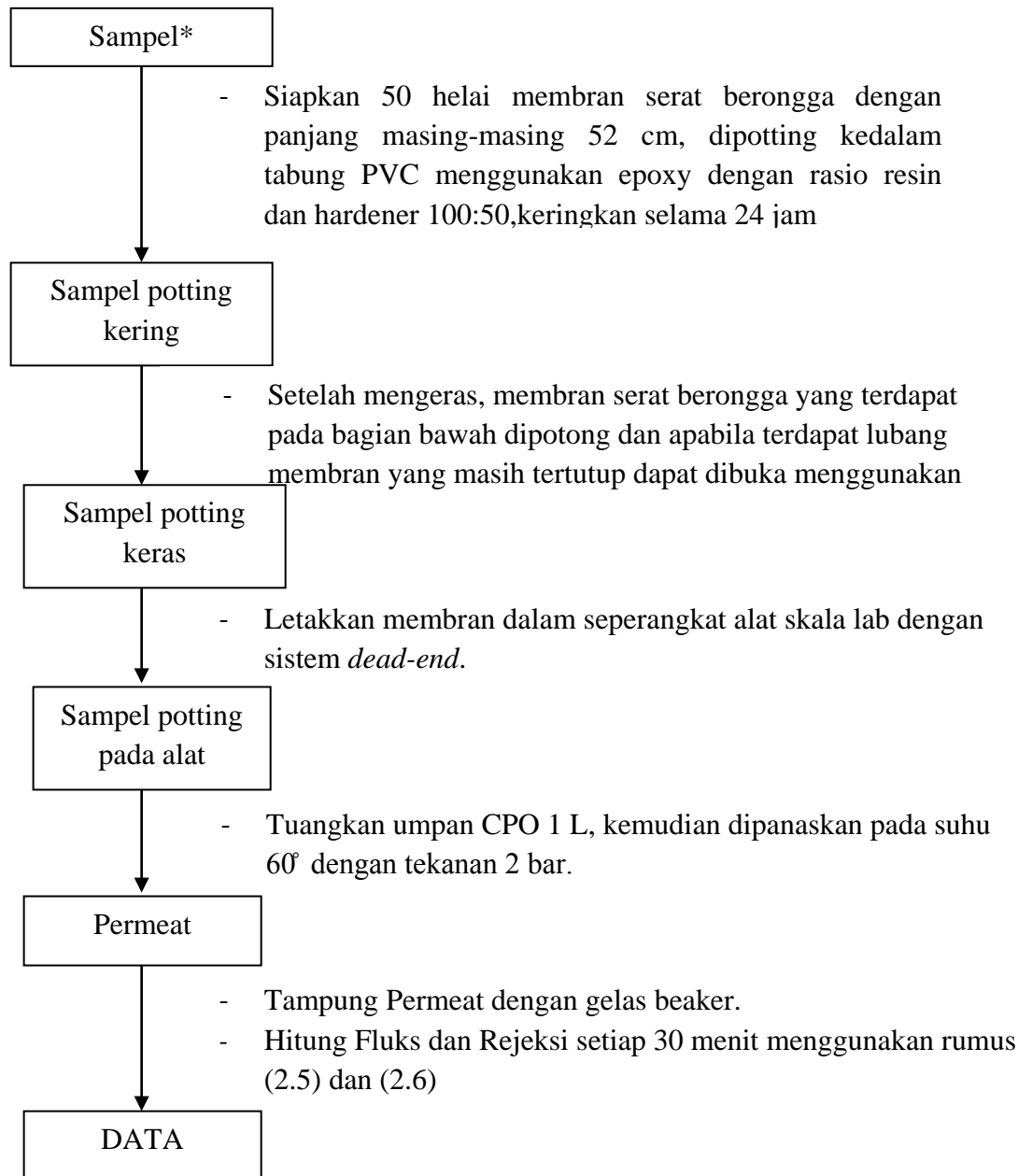
\* PVDF, CS 0,1, CS 0,2, CS 0,3, CS 0,4, CS 0,5

### 3.5.2. Menggunakan Poli etilen glikol (PEG) MWCO 3400 Da



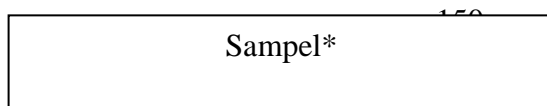
\* PVDF, CS 0,1, CS 0,2, CS 0,3, CS 0,4, CS 0,5

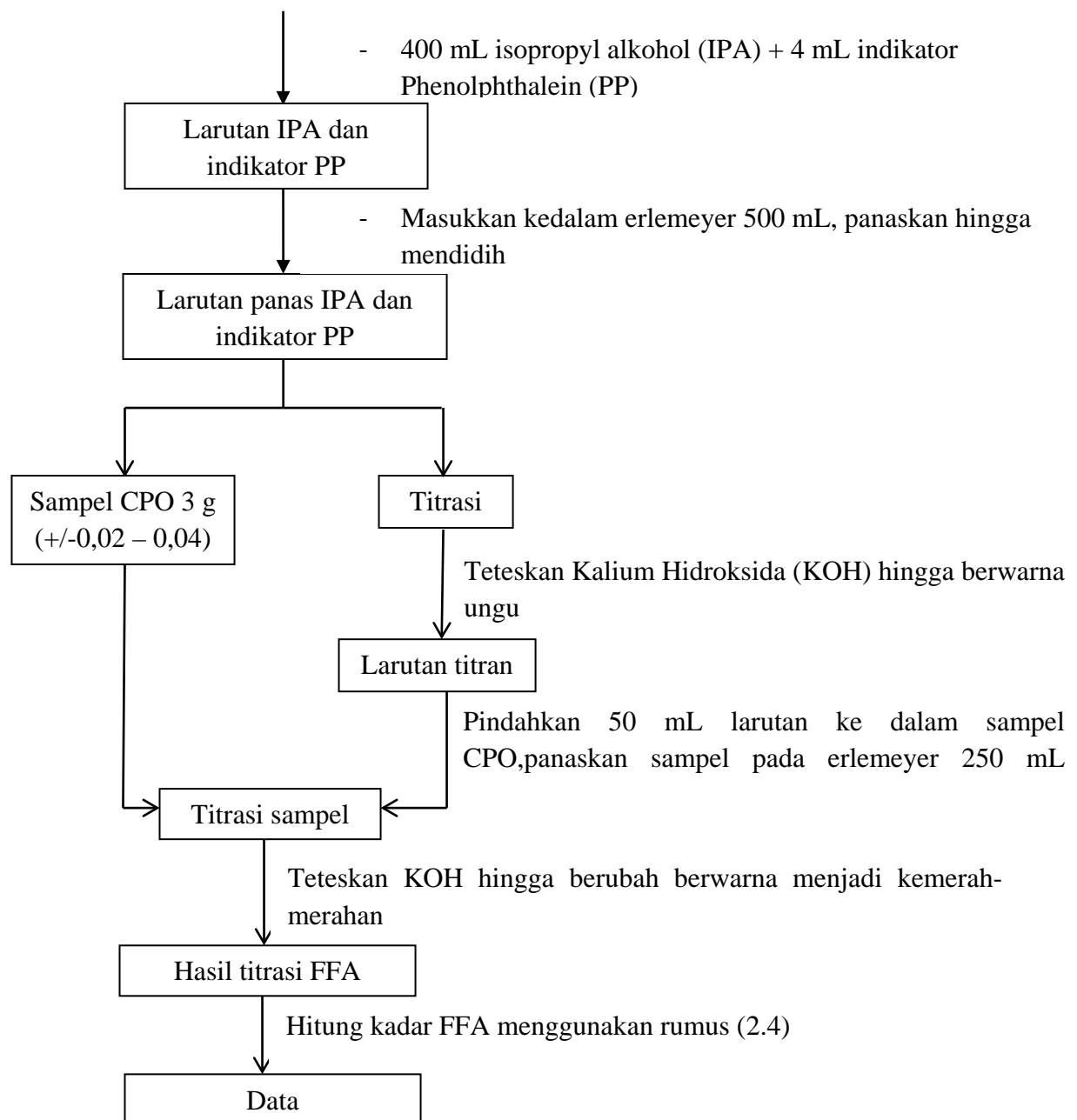
### 3.6. Penentuan Fluks dan Rejeksi Dari Minyak Kelapa Sawit Mentah (CPO)



\* PVDF, CS 0.1, CS 0.2, CS 0.3, CS 0.4, CS 0.5

### 3.7. Analisa Asam Lemak Bebas (FFA) Menggunakan Metode Titrasi





\* PAMIRAN B, 2, CS 0,3, CS 0,4, CS 0,5

### 1. Pembuatan larutan $\text{CH}_3\text{COOH}$ (Asam Asetat ) 2%

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\100\% V_1 &= 2\% \cdot 500 \text{ mL} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

Untuk membuat larutan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  2% adalah dengan mengukur larutan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  100% sebanyak 10 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan air terdemineralisasi sampai tanda batas.

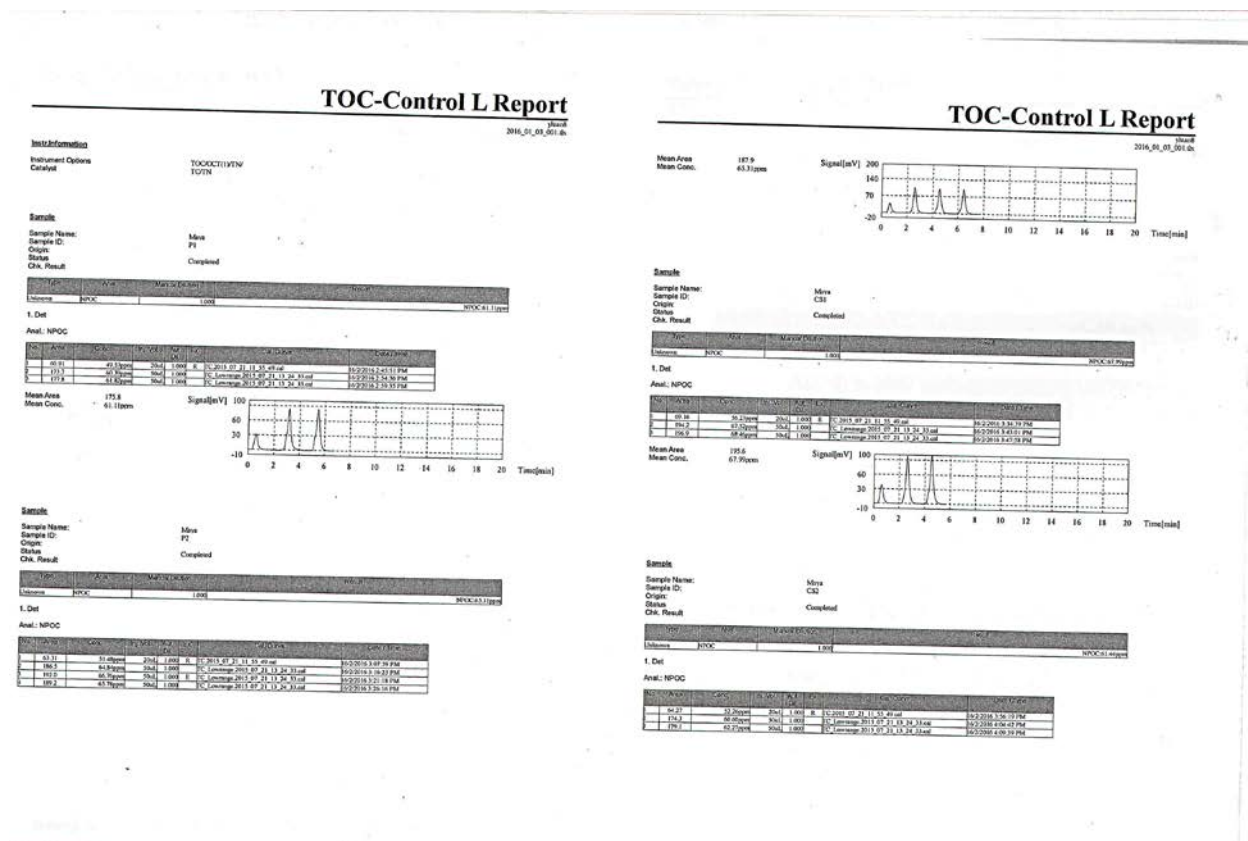
### 2. Pembuatan larutan $\text{NaOH}$ 1 M

$$\begin{aligned}M &= \frac{\text{Masa NaOH (g)}}{BM \text{ NaOH}} \times \frac{1000}{V \text{ (mL)}} \\M &= \frac{X}{Mr} \times \frac{1000}{V \text{ (ml)}} \\X &= M \times Mr \text{ NaOH} \times V \text{ (mL)} \\X &= 1 \text{ M} \times 40 \text{ g/mol} \times 100 \text{ mL} \\X &= 4 \text{ g (Masa NaOH)}\end{aligned}$$

Untuk membuat larutan  $\text{NaOH}$  1 M adalah dengan menimbang tepat 4 g pellet  $\text{NaOH}$ . Masukkan pelet  $\text{NaOH}$  yang telah ditimbang dengan botol timbang, kemudian tambahkan sedikit air destilat kedalam botol timbang, bertujuan untu melarutkan pellet  $\text{NaOH}$ , kemudian tuang kedalam labu ukur 100 mL kemudian tambahkan sejumlah air ke dalam labu sampai tepat pada garis batas.

## LAMPIRAN C

### Uji MWCO



Gambar. C1. Hasil TOC

Tabel. C1. Rejeksi zat terlarut dari PEG 3,4 kDa

| Membran    | Konsentrasi umpan (ppm) | Konsentrasi permeat (ppm) | Rejeksi zat terlarut (%) |
|------------|-------------------------|---------------------------|--------------------------|
| PVDF       | 82,95333333             | 57,42666667               | 30,77232179              |
| PVDF/K-0,1 | 64,07000000             | 58,37666667               | 8,886114146              |
| PVDF/K-0,5 | 53,93666667             | 46,70666667               | 13,40461035              |

## Perhitungan

Rumus Menghitung persen rejeksi zat terlarut (% $R_{\text{zat terlarut}}$ ) dari PEG 3,4 kDa

$$R_{\text{zat terlarut}} = 1 - \frac{C_{p_{\text{zat terlarut}}}}{C_{f_{\text{zat terlarut}}}} \times 100\%$$

Dengan :

$C_p$  = Konsentrasi permeat zat terlarut (ppm)

$C_f$  = Konsentrasi umpan zat terlarut (ppm)

$R_{\text{zat terlarut}}$  = Rejeksi zat terlarut (%)

a. Membran PVDF

$$\begin{aligned} R_{\text{zat terlarut}} &= 1 - \frac{57,42666667 \text{ ppm}}{82,95333333 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 30,77232179 \% \end{aligned}$$

b. Membran PVDF/K-0,1

$$\begin{aligned} R_{\text{zat terlarut}} &= 1 - \frac{58,37666667 \text{ ppm}}{64,07000000 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 8,886114146 \% \end{aligned}$$

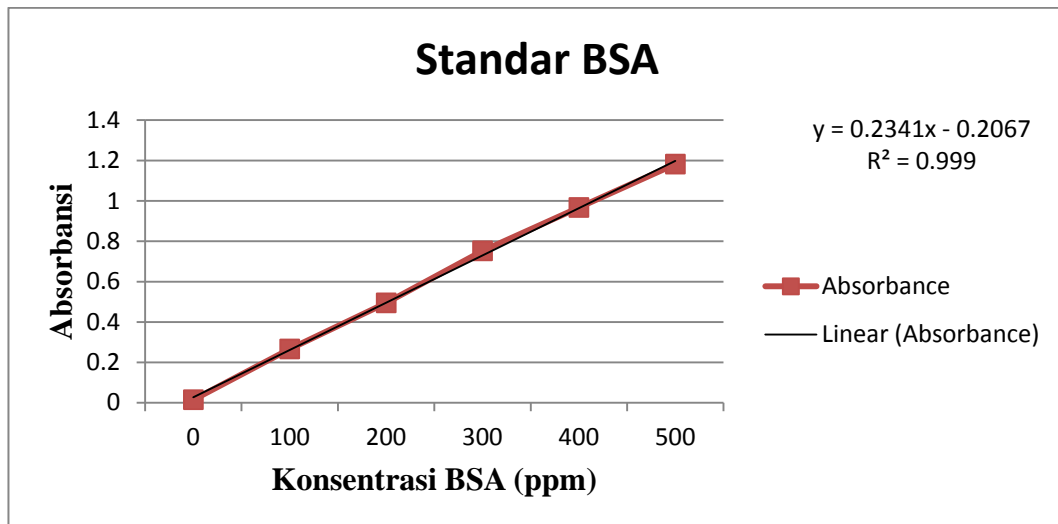
c. Membran PVDF/K-0,5

$$\begin{aligned} R_{\text{zat terlarut}} &= 1 - \frac{46,70666667 \text{ ppm}}{53,93666667 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 13,40461035 \% \end{aligned}$$



Rejeksi zat terlarut dari MWCO BSA 45 kDa

Larutan standar menggunakan UV-VIS ( $\lambda = 280 \text{ nm}$ )



Gambar. C2. Grafik Larutan standar BSA 45 kDa

Tabel. C2. Rejeksi zat terlarut dari BSA 45 kDa

| Membran    | C      | m      | Absorbansi Permeat | Konsentrasi Permeat (ppm) | Absorbansi Umpan | Konsentrasi Umpan (ppm) | Rejeksi zat terlarut (%) |
|------------|--------|--------|--------------------|---------------------------|------------------|-------------------------|--------------------------|
| PVDF       | 0,2067 | 0,2341 | 0,656              | 3,685177275               | 1,190            | 5,966253738             | 38,23297773              |
| PVDF/K-0,1 | 0,2067 | 0,2341 | 0,105              | 1,331482273               | 1,566            | 7,572404955             | 82,41665256              |
| PVDF/K-0,5 | 0,2067 | 0,2341 | 0,266              | 2,019222554               | 1,083            | 5,509184109             | 63,34806544              |

### Perhitungan

Rumus Menghitung persen rejeksi zat terlarut (% $R_{\text{zat terlarut}}$ ) dari BSA 45 kDa

$$R_{\text{zat terlarut}} = 1 - \frac{C_{p_{\text{zat terlarut}}}}{C_{f_{\text{zat terlarut}}}} \times 100\%$$

Dengan:

$C_p$  = Konsentrasi permeat zat terlarut (ppm)

$C_f$  = Konsentrasi umpan zat terlarut (ppm)

$R_{\text{zat terlarut}}$  = Rejeksi zat terlarut (%)

a. Membran PVDF

$$\begin{aligned} R_{\text{zat terlarut}} &= 1 - \frac{3,685177275 \text{ ppm}}{5,966253738 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 38,23297773 \% \end{aligned}$$

b. Membran PVDF/K-0,1

$$\begin{aligned} R_{\text{zat terlarut}} &= 1 - \frac{1,331482273 \text{ ppm}}{7,572404955 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 82,41665256 \% \end{aligned}$$

c. Membran PVDF/K-0,5

$$\begin{aligned} R_{\text{zat terlarut}} &= 1 - \frac{2,019222554 \text{ ppm}}{5,509184109 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 63,34806544 \% \end{aligned}$$

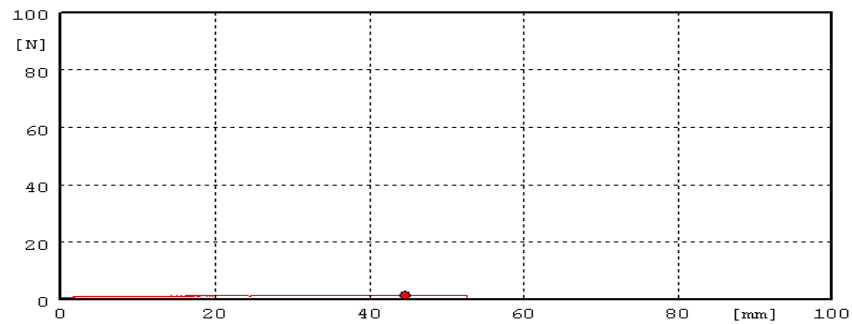
## Lampiran D

### Uji Tarik

#### a. PVDF/K-0,1

Lot name Maya CS 0,1 L.range 100 N P1 5 % 03/30/2016 10:22:33 AM  
 Grade name 300316 T.Speed 10 mm/min P2 10 % Lot No. 98  
 Sample Shape  
 Operator Erfan

| Sample No. | J | Break Elong % | Max. Force kgf | Modu. MPa | Yield Stress MPa | Yield Elong % | Max. Stress MPa | Max. Energy N?cm | Break Stress MPa | Width mm | Thick mm |
|------------|---|---------------|----------------|-----------|------------------|---------------|-----------------|------------------|------------------|----------|----------|
| 1          |   | 89.07         | 0.15           | 0.0       | 0.0              | 0.0           | 2.1             | 5.33             | 0.0              | 6.9      | 0.1      |
| Ave.       |   | 89.07         | 0.15           | 0.0       | 0.0              | 0.0           | 2.1             | 5.33             | 0.0              | 6.9      | 0.1      |
| Std dev.   |   | 0.00          | 0.00           | 0.0       | 0.0              | 0.0           | 0.0             | 0.00             | 0.0              | 0.0      | 0.0      |

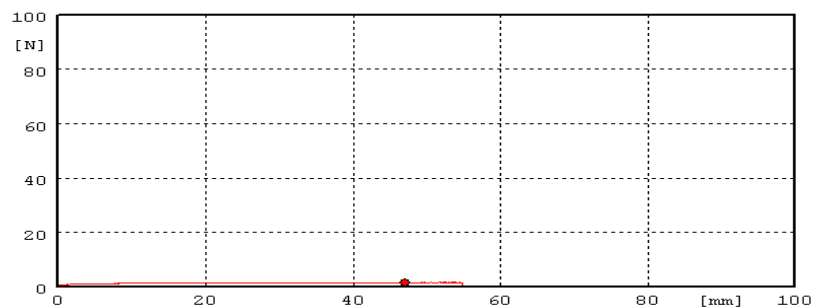


Gambar. D1. Hasil Uji Tarik PVDF/K-0,1

#### b. PVDF/K-0,2

Lot name Maya CS 0.2 L.range 100 N P1 5 % 03/30/2016 9:59:30 AM  
 Grade name 280316 T.Speed 10 mm/min P2 10 % Lot No. 96  
 Sample Shape  
 Operator Erfan

| Sample No. | J | Break Elong % | Max. Force kgf | Modu. MPa | Yield Stress MPa | Yield Elong % | Max. Stress MPa | Max. Energy N?cm | Break Stress MPa | Width mm | Thick mm |
|------------|---|---------------|----------------|-----------|------------------|---------------|-----------------|------------------|------------------|----------|----------|
| 1          |   | 105.45        | 0.17           | 0.0       | 0.0              | 0.0           | 2.4             | 6.41             | 0.0              | 6.9      | 0.1      |
| Ave.       |   | 105.45        | 0.17           | 0.0       | 0.0              | 0.0           | 2.4             | 6.41             | 0.0              | 6.9      | 0.1      |
| Std dev.   |   | 0.00          | 0.00           | 0.0       | 0.0              | 0.0           | 0.0             | 0.00             | 0.0              | 0.0      | 0.0      |

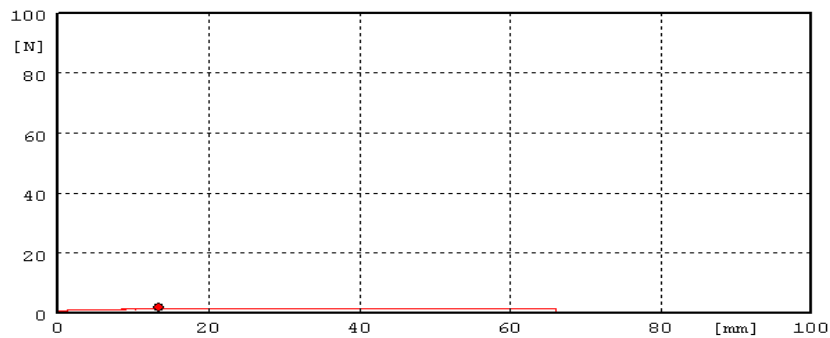


Gambar. D2. Hasil uji tarik PVDF/K-0,2

c. PVDF/K-0,3

Lot name Maya CS 0,3 L.range 100 N P1 5 % 03/28/2016 2:00:51 PM  
 Grade name 280316 T.Speed 10 mm/min P2 10 % Lot No. 93  
 Sample Shape  
 Operator Erfan

| Sample No. | J | Break<br>Elon % | Max.<br>Force<br>kgf | Modu.<br>MPa | Yield<br>Stress<br>MPa | Yield<br>Elon % | Max.<br>Stress<br>MPa | Max.<br>Energy<br>N?cm | Break<br>Stress<br>MPa | Width<br>mm | Thick<br>mm |
|------------|---|-----------------|----------------------|--------------|------------------------|-----------------|-----------------------|------------------------|------------------------|-------------|-------------|
| 1          |   | 111.70          | 0.21                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0             | 3.0                   | 1.33                   | 0.0                    | 6.9         | 0.1         |
| Ave.       |   | 111.70          | 0.21                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0             | 3.0                   | 1.33                   | 0.0                    | 6.9         | 0.1         |
| Std dev.   |   | 0.00            | 0.00                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0             | 0.0                   | 0.00                   | 0.0                    | 0.0         | 0.0         |

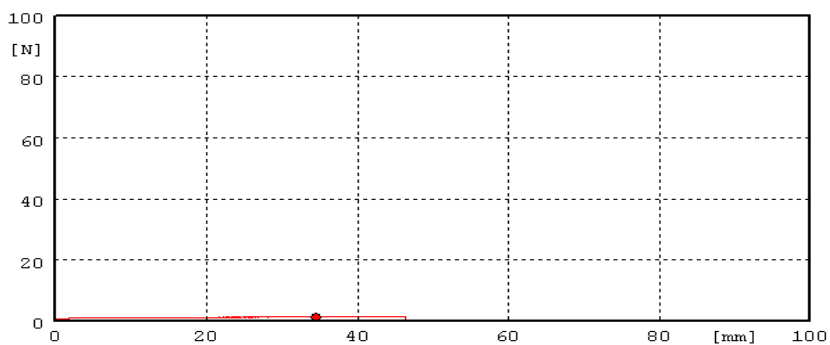


Gambar. D3. Hasil Uji tarik PVDF/K-0,3

d. PVDF/K-0,4

Lot name Maya CS 0,4 L.range 100 N P1 5 % 03/28/2016 2:14:03 PM  
 Grade name 280316 T.Speed 10 mm/min P2 10 % Lot No. 94  
 Sample Shape  
 Operator Erfan

| Sample No. | J | Break<br>Elon % | Max.<br>Force<br>kgf | Modu.<br>MPa | Yield<br>Stress<br>MPa | Yield<br>Elon % | Max.<br>Stress<br>MPa | Max.<br>Energy<br>N?cm | Break<br>Stress<br>MPa | Width<br>mm | Thick<br>mm |
|------------|---|-----------------|----------------------|--------------|------------------------|-----------------|-----------------------|------------------------|------------------------|-------------|-------------|
| 1          |   | 78.65           | 0.14                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0             | 2.0                   | 3.83                   | 0.0                    | 6.9         | 0.1         |
| Ave.       |   | 78.65           | 0.14                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0             | 2.0                   | 3.83                   | 0.0                    | 6.9         | 0.1         |
| Std dev.   |   | 0.00            | 0.00                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0             | 0.0                   | 0.00                   | 0.0                    | 0.0         | 0.0         |

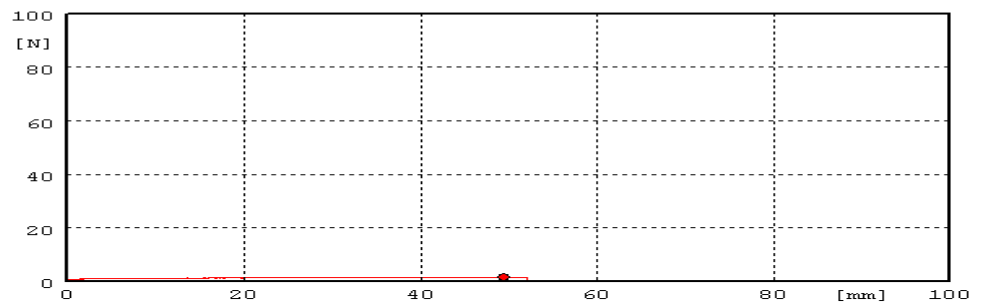


Gambar. D4. Hasil Uji tarik PVDF/K-0,4

e. PVDF/K-0,5

Lot name Maya CS 0,5 A L.range 100 N P1 5 % 05/18/2016 11:48:05 AM  
 Grade name 180516 T.Speed 10 mm/min P2 10 % Lot No. 34  
 Sample Shape  
 Operator Erfan

| Sample No. | J | Break<br>Elon<br>% | Max.<br>Force<br>kgf | Modu.<br>MPa | Yield<br>Stress<br>MPa | Yield<br>Elon<br>% | Max.<br>Stress<br>MPa | Max.<br>Energy<br>N?cm | Break<br>Stress<br>MPa | Width<br>mm | Thick<br>mm |
|------------|---|--------------------|----------------------|--------------|------------------------|--------------------|-----------------------|------------------------|------------------------|-------------|-------------|
| 1          |   | 87.38              | 0.16                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0                | 2.2                   | 6.02                   | 0.0                    | 6.9         | 0.1         |
| Ave.       |   | 87.38              | 0.16                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0                | 2.2                   | 6.02                   | 0.0                    | 6.9         | 0.1         |
| Std dev.   |   | 0.00               | 0.00                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0                | 0.0                   | 0.00                   | 0.0                    | 0.0         | 0.0         |

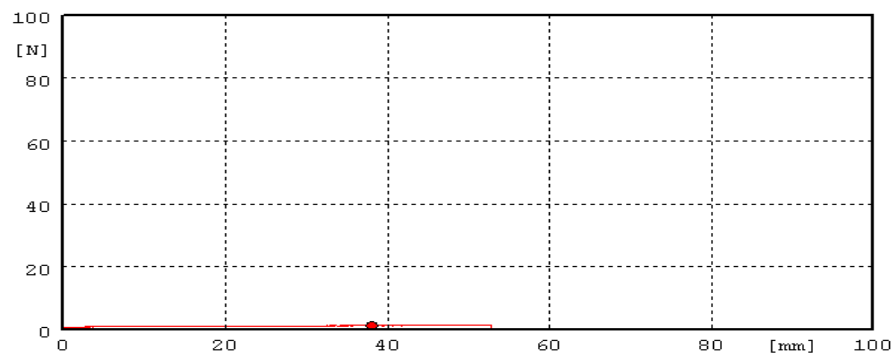


Gambar. D5. Hasil Uji tarik PVDF/K-0,5

f. PVDF

Lot name Maya PVDF L.range 100 N P1 5 % 03/30/2016 10:33:51 AM  
 Grade name 300316 T.Speed 10 mm/min P2 10 % Lot No. 99  
 Sample Shape  
 Operator Erfan

| Sample No. | J | Break<br>Elon<br>% | Max.<br>Force<br>kgf | Modu.<br>MPa | Yield<br>Stress<br>MPa | Yield<br>Elon<br>% | Max.<br>Stress<br>MPa | Max.<br>Energy<br>N?cm | Break<br>Stress<br>MPa | Width<br>mm | Thick<br>mm |
|------------|---|--------------------|----------------------|--------------|------------------------|--------------------|-----------------------|------------------------|------------------------|-------------|-------------|
| 1          |   | 88.40              | 0.13                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0                | 1.9                   | 3.96                   | 0.0                    | 6.9         | 0.1         |
| Ave.       |   | 88.40              | 0.13                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0                | 1.9                   | 3.96                   | 0.0                    | 6.9         | 0.1         |
| Std dev.   |   | 0.00               | 0.00                 | 0.0          | 0.0                    | 0.0                | 0.0                   | 0.00                   | 0.0                    | 0.0         | 0.0         |



Gambar. D6. Hasil Uji tarik PVDF

**Lampiran E**  
**Uji Sudut Kontak**

Tabel. E.1.Sudut Kontak (*Contact Angle*) Membran Modifikasi dan tanpa modifikasi

| Titik Ke- | Membran     |                   |                   |                   |                   |                   |
|-----------|-------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
|           | PVDF<br>(°) | PVDF/K-0,1<br>(°) | PVDF/K-0,2<br>(°) | PVDF/K-0,3<br>(°) | PVDF/K-0,4<br>(°) | PVDF/K-0,5<br>(°) |
| 1         | 88,9301376  | 78,0073242        | 86,65494843       | 84,3050537        | 83,8724503        | 91,9331436        |
| 2         | 95,8524399  | 76,7478256        | 82,39241791       | 85,0179138        | 80,8697272        | 95,5353088        |
| 3         | 95,5136108  | 80,0139771        | 80,42604828       | 87,8521271        | 80,849057         | 92,2544022        |
| 4         | 97,9365387  | 74,7768707        | 77,22180176       | 79,1396027        | 79,6731323        | 83,8375092        |
| 5         | 99,0937576  | 76,3499146        | 85,47105408       | 77,7519836        | 80,9718237        | 85,3488007        |
| 6         | 88,5597458  | 78,0766144        | 84,63262939       | 84,586586         | 91,8149063        | 96,2923584        |
| 7         | 87,4319305  | 78,3057556        | 84,84103394       | 81,7543259        | 87,8611761        | 87,9750977        |
| 8         | 84,8195801  | 75,474678         | 83,18449402       | 82,1955719        | 86,8717834        | 83,610733         |
| 9         | 88,3706665  | 78,1465149        | 81,48280334       | 83,538681         | 85,8562503        | 87,5579529        |
| 10        | 86,254776   | 78,7892456        | 87,03088379       | 82,9852448        | 82,8077576        | 89,2327271        |
| 11        | 85,5751038  | 78,5648956        | 88,82420349       | 83,734024         | 91,8952972        | 87,1200409        |
| 12        | 84,5132904  | 73,4295044        | 84,53193207       | 92,500618         | 80,9585953        | 73,2710495        |
| Rata-rata | 90,2376315  | 77,2235934        | 83,89118754       | 83,7801444        | 84,5251631        | 88,1731125        |

## Lampiran F

### Fluks Air ( *Pure Water Flux* )

Tekanan (P) yang digunakan = 3 bar

Tabel. F1. Data Hasil Perhitungan fluks air pada membran modifikasi dan tanpa modifikasi

| Membran    | Volume (L) | Luas membran (m <sup>2</sup> ) | Waktu (jam) | Fluks (L/m <sup>2</sup> .jam) |
|------------|------------|--------------------------------|-------------|-------------------------------|
| PVDF       | 0,0009     | 0,000533914                    | 2           | 0,842832885                   |
| PVDF/K-0,1 | 0,00105    | 0,000466527                    | 2           | 1,125337981                   |
| PVDF/K-0,2 | 0,001      | 0,000479486                    | 2           | 1,0427823                     |
| PVDF/K-0,3 | 0,001      | 0,000492445                    | 2           | 1,01534254                    |
| PVDF/K-0,4 | 0,00089    | 0,000450976                    | 2           | 0,98674956                    |
| PVDF/K-0,5 | 0,00095    | 0,000502812                    | 2           | 0,94468726                    |

Rumus yang digunakan

$$J = \frac{V}{A \times t}$$

Dengan:

J = Fluks air murni (L/m<sup>2</sup>.jam)

V = Volume permeat air murni (Liter)

A = Luas membran (m<sup>2</sup>)

t = Waktu (jam)

Perhitungan

a. Membran PVDF

$$\begin{aligned} J &= \frac{0,0009 \text{ L}}{0,000533914 \text{ m}^2 \times 2 \text{ jam}} \\ &= 0,842832885 \text{ L/m}^2.\text{jam} \end{aligned}$$

b. Membran PVDF/K-0,1

$$J = \frac{0,00105 \text{ L}}{0,000466527 \text{ m}^2 \times 2 \text{ jam}}$$
$$= 1,125337981 \text{ L/m}^2.\text{jam}$$

c. Membran PVDF/K-0,2

$$J = \frac{0,001 \text{ L}}{0,000479486 \text{ m}^2 \times 2 \text{ jam}}$$
$$= 1,0427823 \text{ L/m}^2.\text{jam}$$

d. Membran PVDF/K-0,3

$$J = \frac{0,001 \text{ L}}{0,000492445 \text{ m}^2 \times 2 \text{ jam}}$$
$$= 1,01534254 \text{ L/m}^2.\text{jam}$$

e. Membran PVDF/K-0,4

$$J = \frac{0,00089 \text{ L}}{0,000450976 \text{ m}^2 \times 2 \text{ jam}}$$
$$= 0,98674956 \text{ L/m}^2.\text{jam}$$



f. Membran PVDF/K-0,5

$$J = \frac{0,00095 \text{ L}}{0,000502812 \text{ m}^2 \times 2 \text{ jam}}$$

$$= 0,94468726 \text{ L/m}^2.\text{jam}$$

## Lampiran G

### Uji Porositas

Rumus yang digunakan

$$E = \frac{W_{basah} - W_{kering}}{\rho_{air} \times V_{total}} \times 100\%$$

Dengan :

$W_{basah}$  = Berat membran dalam keadaan basah (kg)

$W_{kering}$  = Berat membran dalam keadaan kering (kg)

$\rho_{air}$  = Densitas air (1000 kg/m<sup>3</sup>)

$V_{total} = \underbrace{n \times \pi \times r^2 \times t}_{V_{OD}} - \underbrace{n \times \pi \times r^2 \times t}_{V_{ID}}$

Tabel. G1. Hasil perhitungan porositas pada membran modifikasi an tanpa modifikasi

| Membran     | Berat basah ( $W_{basah}$ ) (kg) | Berat kering ( $W_{kering}$ ) (kg) | Diameter luar (OD) (m) | Diameter dalam (ID) (m) | Volume diameter luar ( $V_{OD}$ ) (m <sup>3</sup> ) | Volume diameter dalam ( $V_{ID}$ ) (m <sup>3</sup> ) | Volume total ( $V_{neat}$ ) (m <sup>3</sup> ) | Tinggi membran (m) | Jumlah membran (n) | Porositas (%) |
|-------------|----------------------------------|------------------------------------|------------------------|-------------------------|---|--|---|--------------------|--------------------|---------------|
| PVDF        | 0,0001178                        | 0,0001057                          | 0,0002175              | 0,000139729             | $3,71542 \times 10^{-8}$                            | $1,53343 \times 10^{-8}$                             | $2,182 \times 10^{-8}$                        | 0,05               | 5                  | 55,4537       |
| PVDF /K-0,1 | 0,00012                          | 0,0000992                          | 0,000225               | 0,0001353353            | $3,97608 \times 10^{-8}$                            | $1,43887 \times 10^{-8}$                             | $2,53721 \times 10^{-8}$                      | 0,05               | 5                  | 81,9799       |
| PVDF /K-0,5 | 0,0001172                        | 0,0001049                          | 0,0002575              | 0,000142942             | $5,20768 \times 10^{-8}$                            | $1,60475 \times 10^{-8}$                             | $3,60293 \times 10^{-8}$                      | 0,05               | 5                  | 34,1388       |

## Perhitungan

- a. Membran PVDF

$$E = \frac{0,0001178 \text{ kg} - 0,0001057 \text{ kg}}{1000 \text{ kg/m}^3 \times 2,182 \times 10^{-8} \text{ m}^3} \times 100\%$$
$$= 55,4537\%$$

- b. Membran PVDF/K-0,1

$$E = \frac{0,00012 \text{ kg} - 0,0000992 \text{ kg}}{1000 \text{ kg/m}^3 \times 2,53721 \times 10^{-8} \text{ m}^3} \times 100\%$$
$$= 81,9799\%$$

- c. Membran PVDF/K-0,5

$$E = \frac{0,0001172 \text{ kg} - 0,0001049 \text{ kg}}{1000 \text{ kg/m}^3 \times 3,60293 \times 10^{-8} \text{ m}^3} \times 100\%$$
$$= 34,1388\%$$



## Lampiran H

### Uji Fluks Minyak dan Rejeksi FFA

#### a. Fluks Minyak

Rumus yang digunakan

$$J = \frac{M}{A \times t}$$

Dengan:

J = Fluks minyak (Kg/m<sup>2</sup>.jam)

M = Massa permeat minyak (Kg)

A = Luas membran (m<sup>2</sup>)

t = Waktu (jam)

Tekanan (P) = 2 bar

Tabel. H1. Hasil perhitungan fluks minyak pada membran modifikasi dan tanpa modifikasi

| Membran    | Waktu ke-<br>(menit) | Massa<br>(Kg) | Luas membran<br>(m <sup>2</sup> ) | Fluks<br>(Kg/m <sup>2</sup> .jam) |
|------------|----------------------|---------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| PVDF       | 30                   | 0,20095       | 0,072429419                       | 5,54885                           |
|            | 60                   | 0,18277       | 0,072429419                       | 2,523422                          |
|            | 90                   | 0,15387       | 0,072429419                       | 1,416275                          |
|            | 120                  | 0,10674       | 0,072429419                       | 0,736855                          |
|            | 150                  | 0,10609       | 0,072429419                       | 0,585895                          |
|            | 180                  | 0,09675       | 0,072429419                       | 0,445261                          |
|            | 210                  | 0,08197       | 0,072429419                       | 0,323349                          |
|            | 240                  | 0,07494       | 0,072429419                       | 0,258666                          |
|            | 270                  | 0,06563       | 0,072429419                       | 0,201361                          |
| PVDF/K-0,1 | 30                   | 0,03296       | 0,074220126                       | 0,888169                          |
|            | 60                   | 0,02656       | 0,074220126                       | 0,357854                          |
|            | 90                   | 0,02492       | 0,074220126                       | 0,223839                          |
|            | 120                  | 0,02258       | 0,074220126                       | 0,152115                          |
|            | 150                  | 0,02181       | 0,074220126                       | 0,117542                          |
|            | 180                  | 0,02075       | 0,074220126                       | 0,093191                          |
|            | 210                  | 0,01871       | 0,074220126                       | 0,072025                          |
|            | 240                  | 0,01678       | 0,074220126                       | 0,056521                          |
|            | 270                  | 0,0043        | 0,074220126                       | 0,012875                          |

| Membran    | Waktu ke-<br>(menit) | Massa<br>(Kg) | Luas membran<br>(m <sup>2</sup> ) | Fluks<br>(Kg/m <sup>2</sup> .jam) |
|------------|----------------------|---------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| PVDF/K-0,2 | 30                   | 0,12774       | 0,075555303                       | 3,381364                          |
|            | 60                   | 0,12556       | 0,075555303                       | 1,661829                          |
|            | 90                   | 0,08916       | 0,075555303                       | 0,786709                          |
|            | 120                  | 0,07674       | 0,075555303                       | 0,50784                           |
|            | 150                  | 0,07446       | 0,075555303                       | 0,394201                          |
|            | 180                  | 0,0589        | 0,075555303                       | 0,259854                          |
|            | 210                  | 0,05065       | 0,075555303                       | 0,191534                          |
|            | 240                  | 0,02942       | 0,075555303                       | 0,097346                          |
|            | 270                  | 0,01845       | 0,075555303                       | 0,054265                          |
| PVDF/K-0,3 | 30                   | 0,1372        | 0,077597339                       | 3,536204                          |
|            | 60                   | 0,12188       | 0,077597339                       | 1,570672                          |
|            | 90                   | 0,08553       | 0,077597339                       | 0,734819                          |
|            | 120                  | 0,06895       | 0,077597339                       | 0,444281                          |
|            | 150                  | 0,05725       | 0,077597339                       | 0,295113                          |
|            | 180                  | 0,0435        | 0,077597339                       | 0,186862                          |
|            | 210                  | 0,03369       | 0,077597339                       | 0,124047                          |
|            | 240                  | 0,02827       | 0,077597339                       | 0,091079                          |
|            | 270                  | 0,01759       | 0,077597339                       | 0,050374                          |
| PVDF/K-0,4 | 30                   | 0,21216       | 0,079230967                       | 5,355482                          |
|            | 60                   | 0,15906       | 0,079230967                       | 2,007548                          |
|            | 90                   | 0,10318       | 0,079230967                       | 0,868179                          |
|            | 120                  | 0,06856       | 0,079230967                       | 0,432659                          |
|            | 150                  | 0,04976       | 0,079230967                       | 0,251215                          |
|            | 180                  | 0,03575       | 0,079230967                       | 0,150404                          |
|            | 210                  | 0,02352       | 0,079230967                       | 0,084815                          |
|            | 240                  | 0,02352       | 0,079230967                       | 0,074213                          |
|            | 270                  | 0,02138       | 0,079230967                       | 0,059965                          |
| PVDF/K-0,5 | 30                   | 0,23089       | 0,085749771                       | 5,385204                          |
|            | 60                   | 0,16594       | 0,085749771                       | 1,935166                          |
|            | 90                   | 0,10274       | 0,085749771                       | 0,798758                          |
|            | 120                  | 0,06419       | 0,085749771                       | 0,374287                          |
|            | 150                  | 0,04416       | 0,085749771                       | 0,205995                          |
|            | 180                  | 0,03167       | 0,085749771                       | 0,12311                           |
|            | 210                  | 0,02448       | 0,085749771                       | 0,081566                          |
|            | 240                  | 0,01827       | 0,085749771                       | 0,053265                          |
|            | 270                  | 0,01498       | 0,085749771                       | 0,038821                          |

## Perhitungan

### a. Membran PVDF

$$J = \frac{0,20095 \text{ Kg}}{0,072429419 \text{ m}^2 \times 0,5 \text{ jam}}$$
$$= 5,54885 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-30)}$$

$$J = \frac{0,18277 \text{ Kg}}{0,072429419 \text{ m}^2 \times 1 \text{ jam}}$$
$$= 2,523422 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-60)}$$

$$J = \frac{0,08916 \text{ Kg}}{0,072429419 \text{ m}^2 \times 1,5 \text{ jam}} *$$
$$= 1,416275 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

### b. Membran PVDF/K-0,1

$$J = \frac{0,03296 \text{ Kg}}{0,074220126 \text{ m}^2 \times 0,5 \text{ jam}}$$
$$= 0,888169 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-30)}$$

$$J = \frac{0,02656 \text{ Kg}}{0,074220126 \text{ m}^2 \times 1 \text{ jam}}$$
$$= 0,357854 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-60)}$$

$$J = \frac{0,02492 \text{ Kg}}{0,074220126 \text{ m}^2 \times 1,5 \text{ jam}} *$$
$$= 0,223839 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

c. Membran PVDF/K-0,2

$$J = \frac{0,12774 \text{ Kg}}{0,075555303 \text{ m}^2 \times 0,5 \text{ jam}}$$
$$= 3,381364 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-30)}$$

$$J = \frac{0,12556 \text{ Kg}}{0,075555303 \text{ m}^2 \times 1 \text{ jam}}$$
$$= 1,661829 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-60)}$$

$$J = \frac{0,08916 \text{ Kg}}{0,075555303 \text{ m}^2 \times 1,5 \text{ jam}} *$$
$$= 0,786709 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

d. Membran PVDF/K-0,3

$$J = \frac{0,1372 \text{ Kg}}{0,077597339 \text{ m}^2 \times 0,5 \text{ jam}}$$
$$= 3,536204 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-30)}$$

$$J = \frac{0,12188 \text{ Kg}}{0,077597339 \text{ m}^2 \times 1 \text{ jam}}$$
$$= 1,570672 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-60)}$$



$$J = \frac{0,08553 \text{ Kg}}{0,077597339 \text{ m}^2 \times 1,5 \text{ jam}} *$$

$$= 0,734819 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

e. Membran PVDF/K-0,4

$$J = \frac{0,21216 \text{ Kg}}{0,079230967 \text{ m}^2 \times 0,5 \text{ jam}}$$

$$= 5,355482 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-30)}$$

$$J = \frac{0,15906 \text{ Kg}}{0,079230967 \text{ m}^2 \times 1 \text{ jam}}$$

$$= 2,007548 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-60)}$$

$$J = \frac{0,10318 \text{ Kg}}{0,079230967 \text{ m}^2 \times 1,5 \text{ jam}} *$$

$$= 0,868179 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

f. Membran PVDF/K-0,5

$$J = \frac{0,23089 \text{ Kg}}{0,085749771 \text{ m}^2 \times 0,5 \text{ jam}}$$

$$= 5,385204 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-30)}$$

$$J = \frac{0,16594 \text{ Kg}}{0,085749771 \text{ m}^2 \times 1 \text{ jam}}$$

$$= 1,935166 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-60)}$$

$$J = \frac{0,16594 \text{ Kg}}{0,085749771 \text{ m}^2 \times 1 \text{ jam}} *$$

$$= 0,10274 \text{ Kg/m}^2.\text{jam (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

#### b. Rejeksi FFA

Menggunakan Rumus

$$R_{FFA} = 1 - \frac{C_{p_{FFA}}}{C_{f_{FFA}}} \times 100\%$$

Dengan:

$C_p$  = Konsentrasi permeat FFA (ppm)

$C_f$  = Konsentrasi umpan FFA (ppm)

$R_{FFA}$  = Rejeksi FFA (%)

Tekanan (P = 2 bar

Tabel. H2. Hasil perhitungan rejeksi FFA pada membran modifikasi dan tanpa modifikasi

| Membran    | Waktu ke-<br>(menit) | C <sub>p</sub><br>(ppm) | C <sub>f</sub><br>(ppm) | Rejeksi<br>(%) |
|------------|----------------------|-------------------------|-------------------------|----------------|
| PVDF       | 30                   | 0,00660066              | 4,029420643             | 0,660066007    |
|            | 60                   | 0,00660066              |                         | 0,660066007    |
|            | 90                   | -0,0033333333           |                         | -0,3333333333  |
|            | 120                  | 0,003311258             |                         | 0,331125828    |
|            | 150                  | 0,003311258             |                         | 0,331125828    |
|            | 180                  | -0,0033333333           |                         | -0,3333333333  |
|            | 210                  | 0,003311258             |                         | 0,331125828    |
|            | 240                  | -0,0033333333           |                         | -0,3333333333  |
|            | 270                  | -0,0033333333           |                         | -0,3333333333  |
| PVDF/K-0,1 | 30                   | 0,0159724               | 4,01607819              | 1,597239969    |
|            | 60                   | 0,035267059             |                         | 3,526705852    |
|            | 90                   | 0,035267059             |                         | 3,526705852    |
|            | 120                  | 0,060802234             |                         | 6,080223407    |
|            | 150                  | 0,051410256             |                         | 5,141025641    |
|            | 180                  | 0,060802234             |                         | 6,080223407    |
|            | 210                  | 0,060802234             |                         | 6,080223407    |
|            | 240                  | 0,051410256             |                         | 5,141025641    |
|            | 270                  | 0,054561717             |                         | 5,456171735    |
| PVDF/K-0,2 | 30                   | 0,032894737             | 3,887357736             | 3,289473684    |
|            | 60                   | 0,026490066             |                         | 2,649006623    |
|            | 90                   | 0,04950495              |                         | 4,95049505     |
|            | 120                  | 0,043189369             |                         | 4,318936877    |
|            | 150                  | 0,04                    |                         | 4              |
|            | 180                  | 0,043189369             |                         | 4,318936877    |
|            | 210                  | 0,04950495              |                         | 4,95049505     |
|            | 240                  | 0,043189369             |                         | 4,318936877    |
|            | 270                  | 0,043189369             |                         | 4,318936877    |
| PVDF/K-0,3 | 30                   | 0,063932756             | 4,042852045             | 6,393275599    |
|            | 60                   | 0,060822898             |                         | 6,082289803    |
|            | 90                   | 0,083036169             |                         | 8,303616913    |
|            | 120                  | 0,060822898             |                         | 6,082289803    |
|            | 150                  | 0,083036169             |                         | 8,303616913    |
|            | 180                  | 0,057692308             |                         | 5,769230769    |
|            | 210                  | 0,079989778             |                         | 7,998977766    |
|            | 240                  | 0,096153846             |                         | 9,615384615    |
|            | 270                  | 0,099156657             |                         | 9,91566573     |

| Membran    | Waktu ke-<br>(menit) | C <sub>p</sub><br>(ppm) | C <sub>f</sub><br>(ppm) | Rejeksi<br>(%) |
|------------|----------------------|-------------------------|-------------------------|----------------|
| PVDF/K-0,4 | 30                   | 0,090128205             | 4,01607819              | 9,012820513    |
|            | 60                   | 0,090128205             |                         | 9,012820513    |
|            | 90                   | 0,093151035             |                         | 9,315103501    |
|            | 120                  | 0,109487179             |                         | 10,94871795    |
|            | 150                  | 0,134615385             |                         | 13,46153846    |
|            | 180                  | 0,115384615             |                         | 11,53846154    |
|            | 210                  | 0,093151035             |                         | 9,315103501    |
|            | 240                  | 0,109487179             |                         | 10,94871795    |
|            | 270                  | 0,131740353             |                         | 13,17403527    |
| PVDF/K-0,5 | 30                   | 0,232466576             | 4,029420643             | 5,769230769    |
|            | 60                   | 0,54242201              |                         | 13,46153846    |
|            | 90                   | 0,387444293             |                         | 9,615384615    |
|            | 120                  | 0,375304371             |                         | 9,314102564    |
|            | 150                  | 0,099146714             |                         | 9,914671421    |
|            | 180                  | 0,121223661             |                         | 12,12236608    |
|            | 210                  | 0,115384615             |                         | 11,53846154    |
|            | 240                  | 0,140327494             |                         | 14,03274943    |
|            | 270                  | 0,159431328             |                         | 15,94313277    |

## Perhitungan

### a. Membran PVDF

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,00660066 \text{ ppm}}{4,029420643 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 0,660066007\% \text{ (menit ke-30)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,00660066 \text{ ppm}}{4,029420643 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 0,660066007\% \text{ (menit ke-60)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{-0,003333333 \text{ ppm}}{4,029420643 \text{ ppm}} \times 100\% *$$

$$= -0,333333333\% \text{ (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

b. Membran PVDF/K-0,1

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,0159724 \text{ ppm}}{4,01607819 \text{ ppm}} \times 100\% \\ = 1,597239969\% \text{ (menit ke-30)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,035267059 \text{ ppm}}{4,01607819 \text{ ppm}} \times 100\% \\ = 3,526705852\% \text{ (menit ke-60)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,035267059 \text{ ppm}}{4,01607819 \text{ ppm}} \times 100\% * \\ = 3,526705852\% \text{ (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

c. Membran PVDF/K-0,2

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,032894737 \text{ ppm}}{3,887357736 \text{ ppm}} \times 100\% \\ = 3,289473684\% \text{ (menit ke-30)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,026490066 \text{ ppm}}{3,887357736 \text{ ppm}} \times 100\% \\ = 2,649006623\% \text{ (menit ke-60)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,04950495 \text{ ppm}}{3,887357736 \text{ ppm}} \times 100\% * \\ = 4,95049505\% \text{ (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

d. Membran PVDF/K-0,3

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,063932756 \text{ ppm}}{4,042852045 \text{ ppm}} \times 100\% \\ = 6,393275599\% \text{ (menit ke-30)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,060822898 \text{ ppm}}{4,042852045 \text{ ppm}} \times 100\% \\ = 6,082289803\% \text{ (menit ke-60)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,083036169 \text{ ppm}}{4,042852045 \text{ ppm}} \times 100\% * \\ = 8,303616913\% \text{ (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

e. Membran PVDF/K-0,4

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,090128205 \text{ ppm}}{4,01607819 \text{ ppm}} \times 100\% \\ = 9,012820513\% \text{ (menit ke-30)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,090128205 \text{ ppm}}{4,01607819 \text{ ppm}} \times 100\% \\ = 9,012820513\% \text{ (menit ke-60)}$$

$$R_{FFA} = 1 - \frac{0,093151035 \text{ ppm}}{4,01607819 \text{ ppm}} \times 100\% * \\ = 9,315103501\% \text{ (menit ke-90)}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

f. Membran PVDF/K-0,5

$$\begin{aligned} R_{FFA} &= 1 - \frac{0,232466576 \text{ ppm}}{4,029420643 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 5,769230769\% \text{ (menit ke-30)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} R_{FFA} &= 1 - \frac{0,54242201 \text{ ppm}}{4,029420643 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 13,46153846\% \text{ (menit ke-60)} \end{aligned}$$

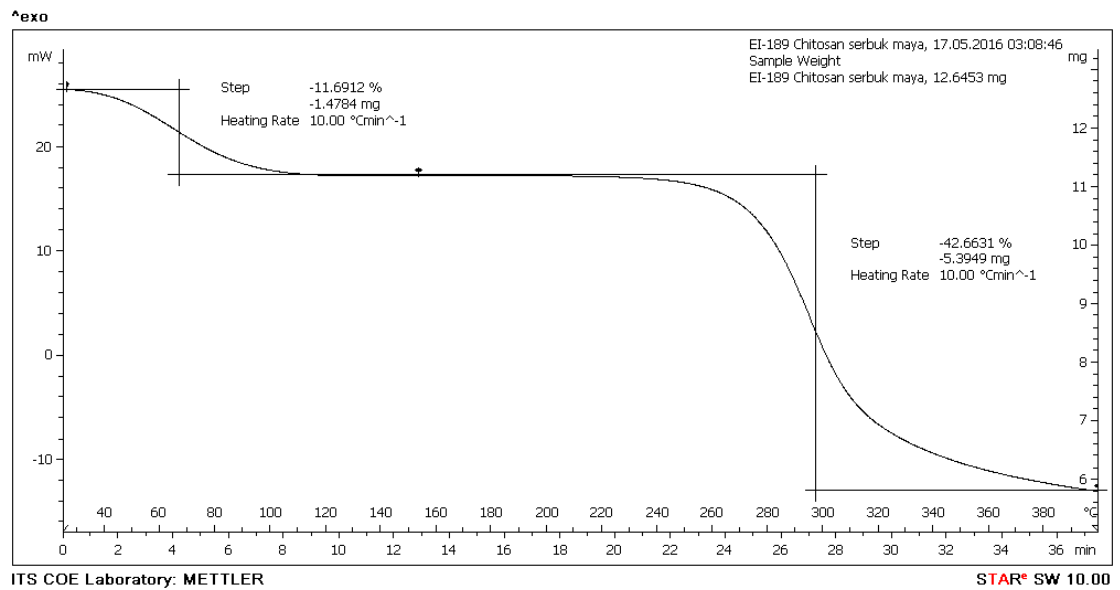
$$\begin{aligned} R_{FFA} &= 1 - \frac{0,387444293 \text{ ppm}}{4,029420643 \text{ ppm}} \times 100\% * \\ &= 9,615384615\% \text{ (menit ke-90)} \end{aligned}$$

\* Dilakukan perhitungan yang sama untuk menit ke- 120 sampai menit ke- 270.

## Lampiran I

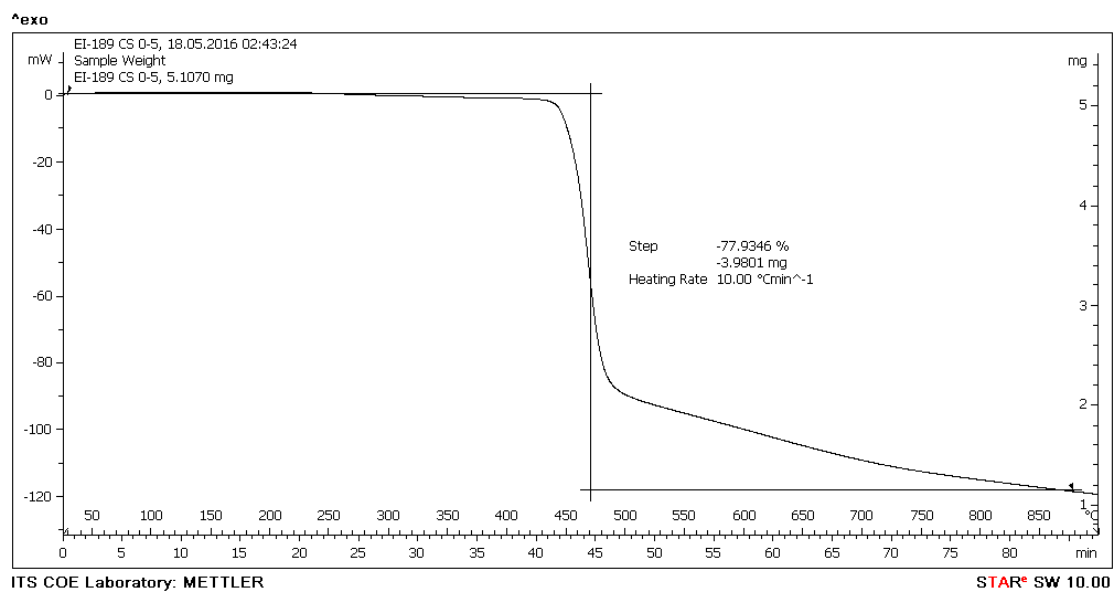
### Uji TGA

#### a. Kitosan



Gambar. I1. Termogram Kitosan

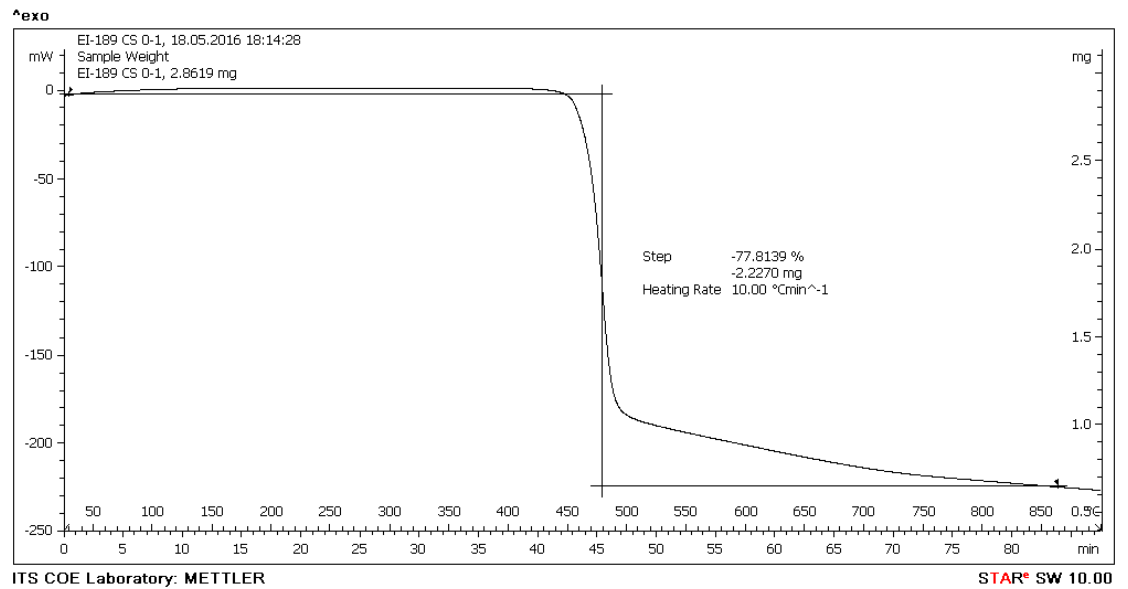
#### b. PVDF



Gambar. I2. Termogram PVDF

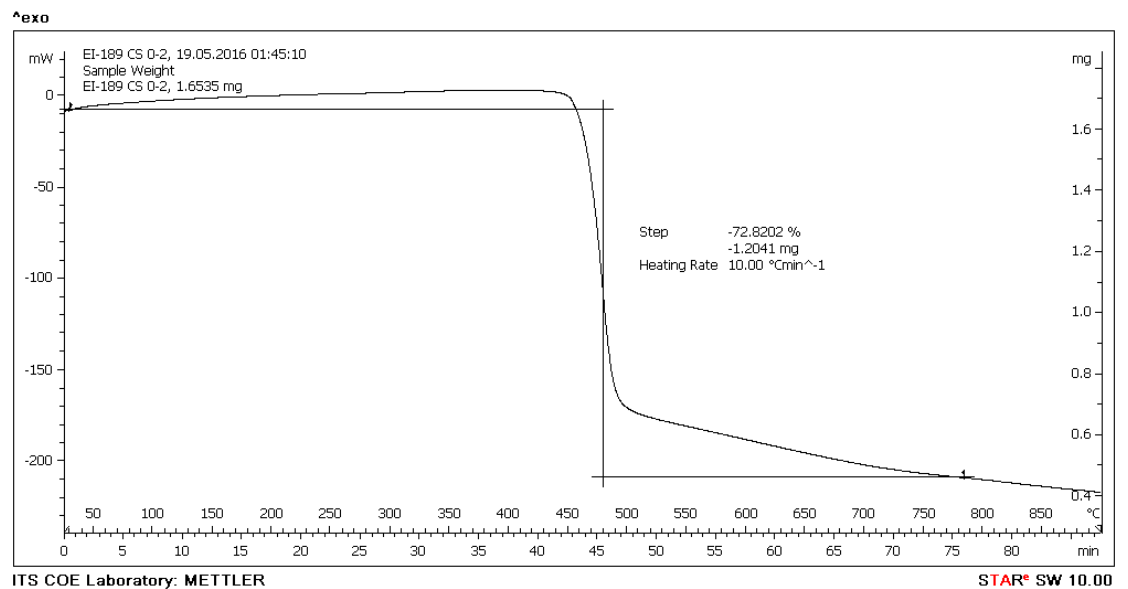


c. PVDF/K-0,1



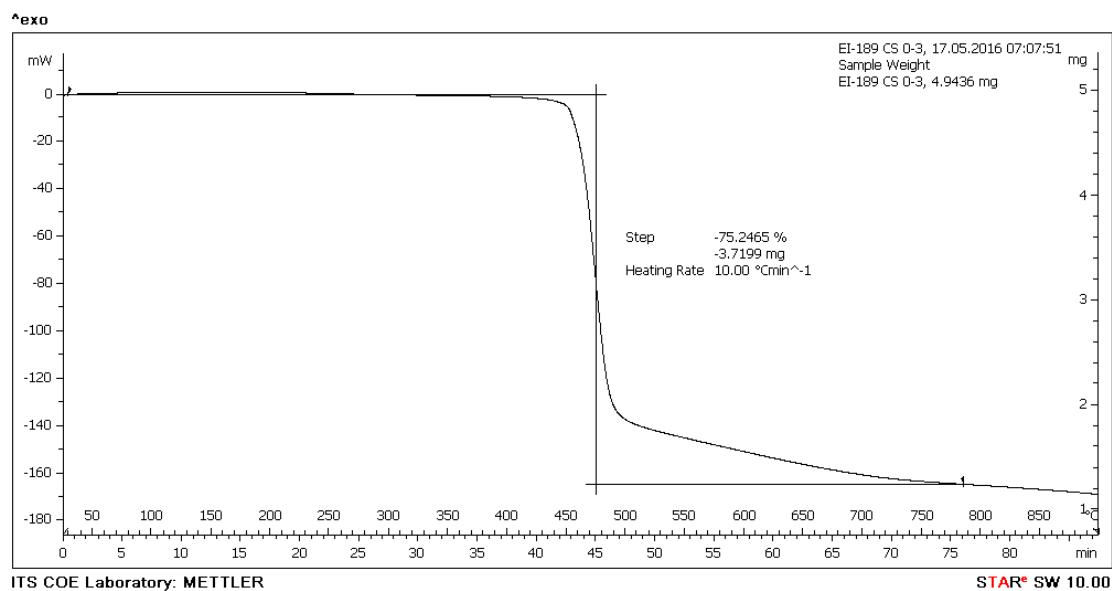
Gambar. I3. Termogram PVDF/K-0,1

d. PVDF/K-0,2



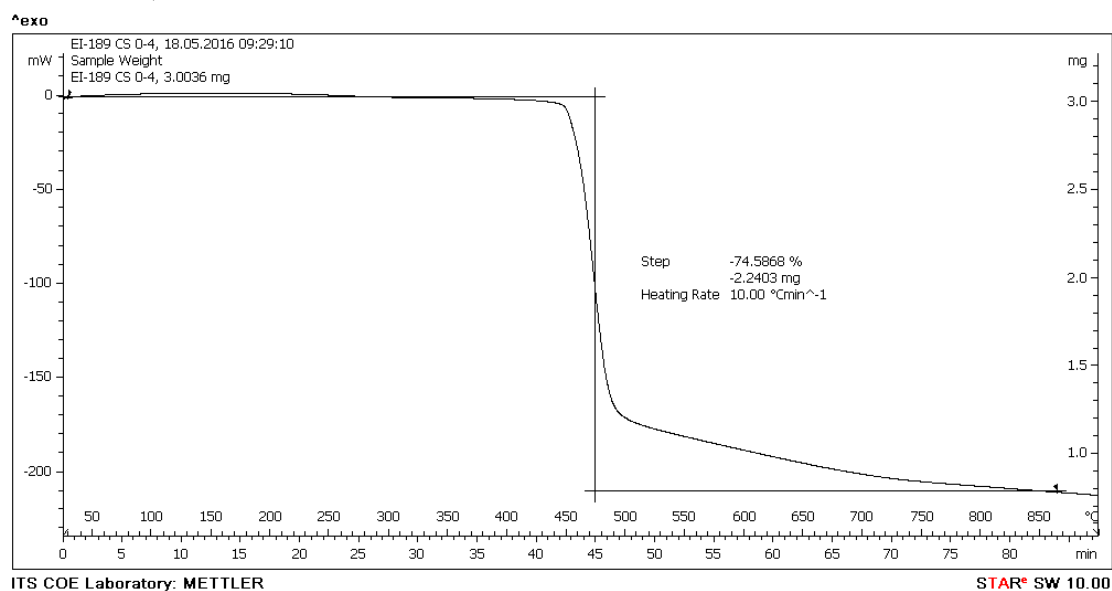
Gambar. I4. Termogram PVDF/K-0,2

e. PVDF/K-0,3



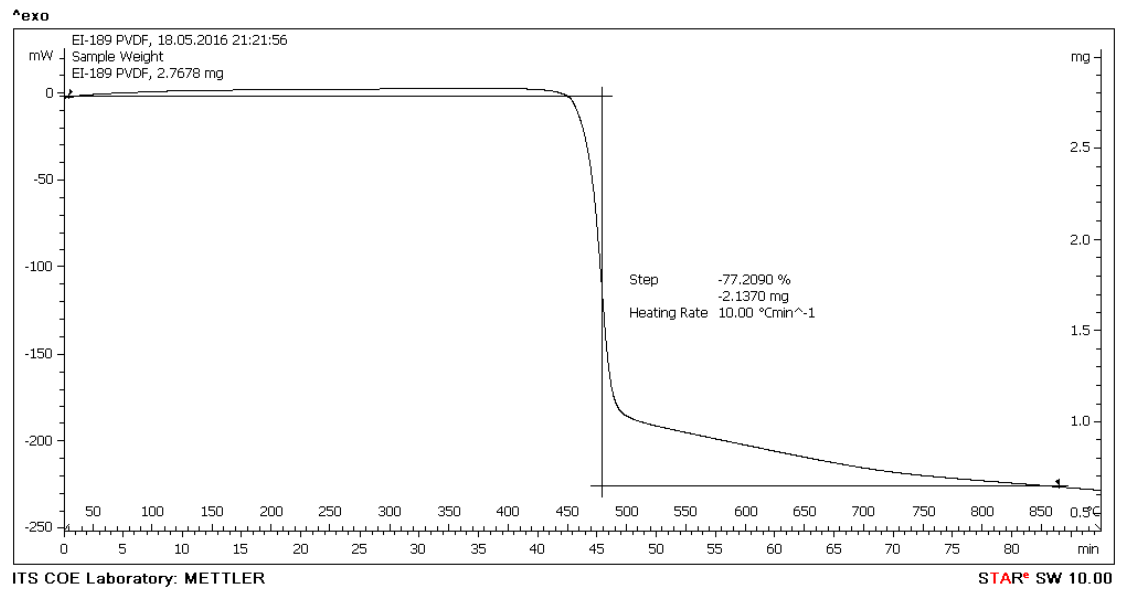
Gambar. I5. Termogram PVDF/K-0,3

f. PVDF/K-0,4



Gambar. I6. Termogram PVDF/K-0,4

g. PVDF/K-0,5



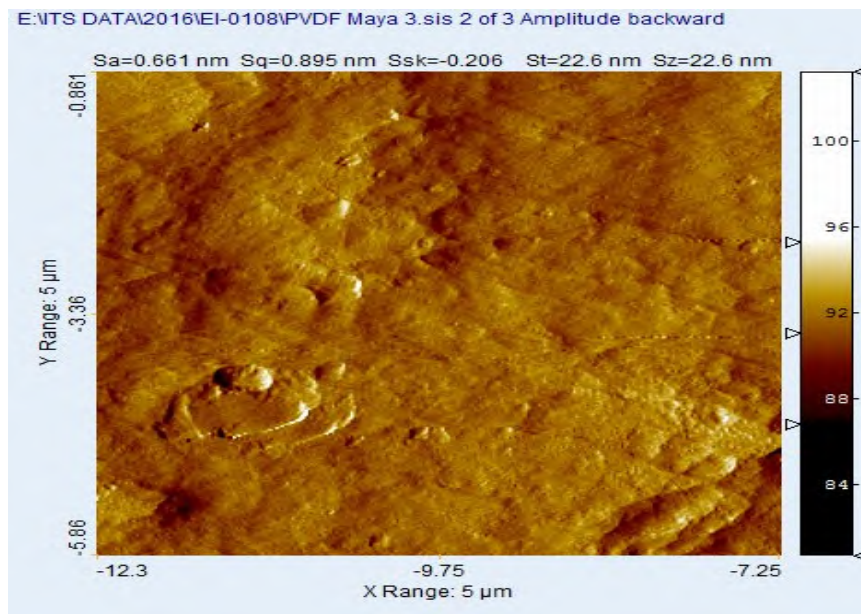
Gambar. I7. Termogram PVDF/K-0,4

## Lampiran J

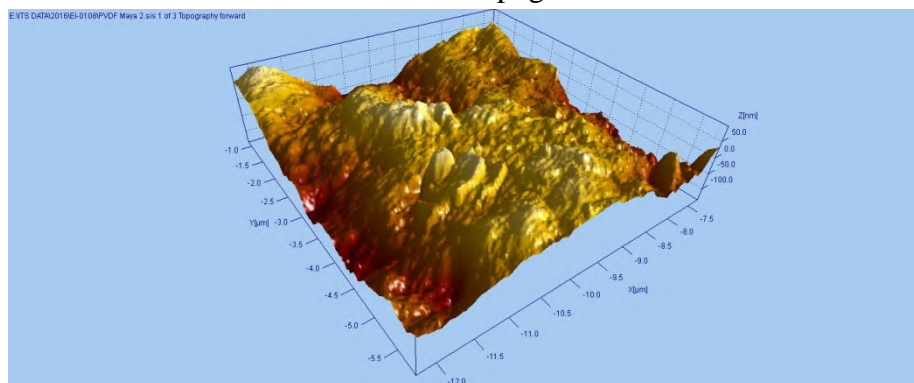
### Uji Topografi

#### Uji AFM

##### a. PVDF

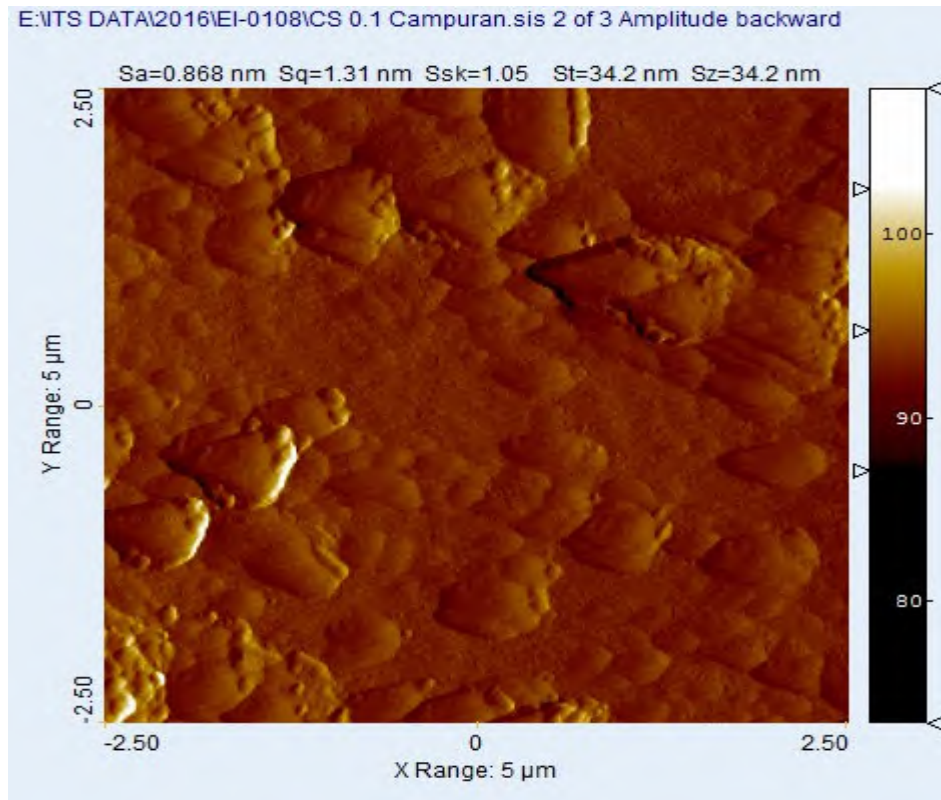


Gambar. J1. Topografi PVDF

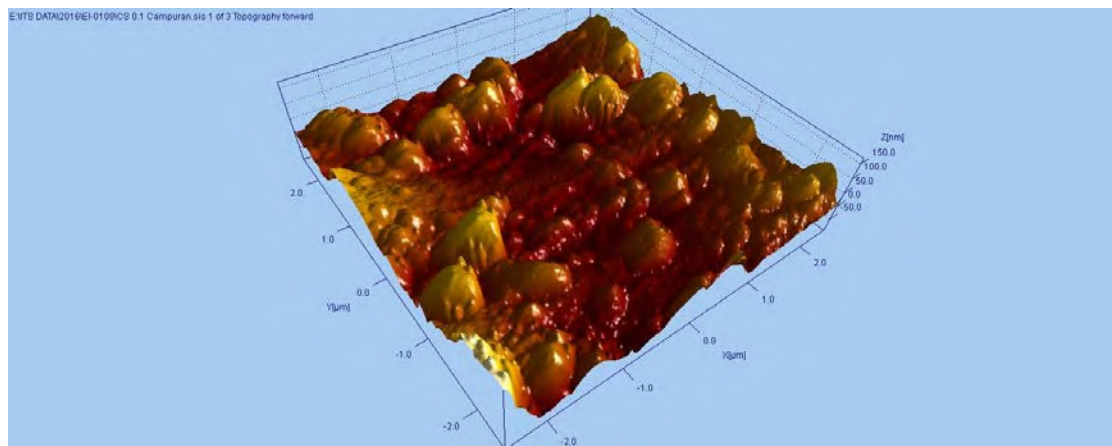


Gambar. J2. Topografi PVDF dilihat dari sumbu x,y, z

b. PVDF/K-0,1

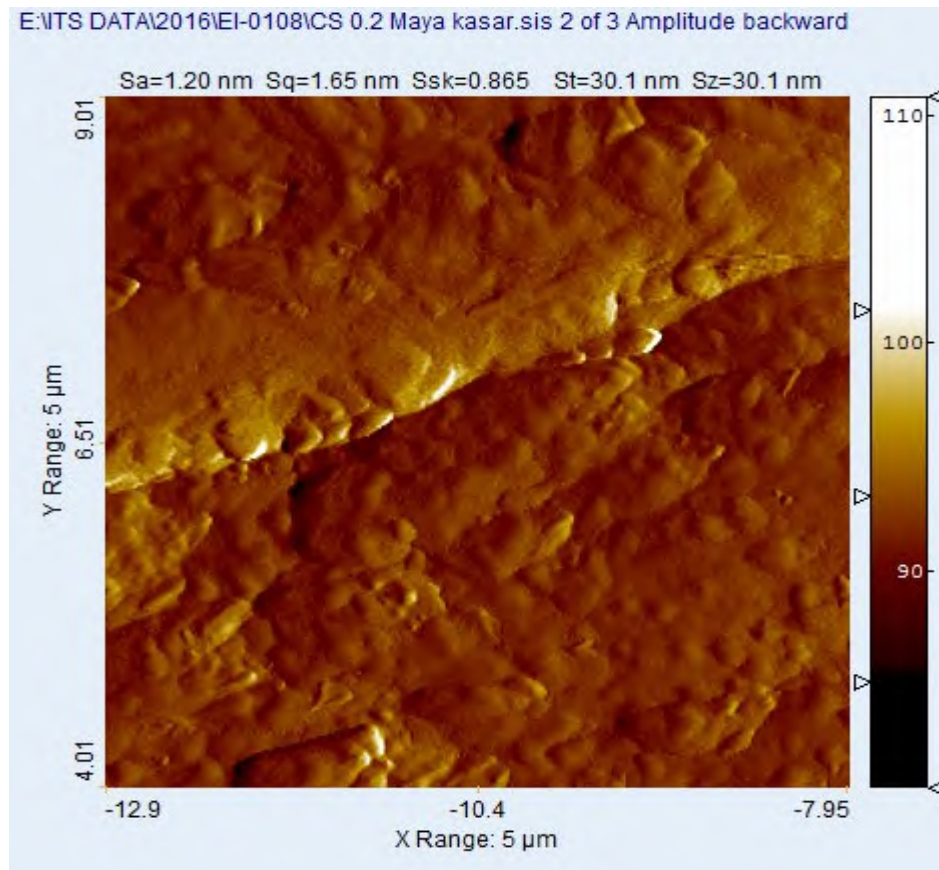


Gambar. J3. Topografi PVDF/K-0,1



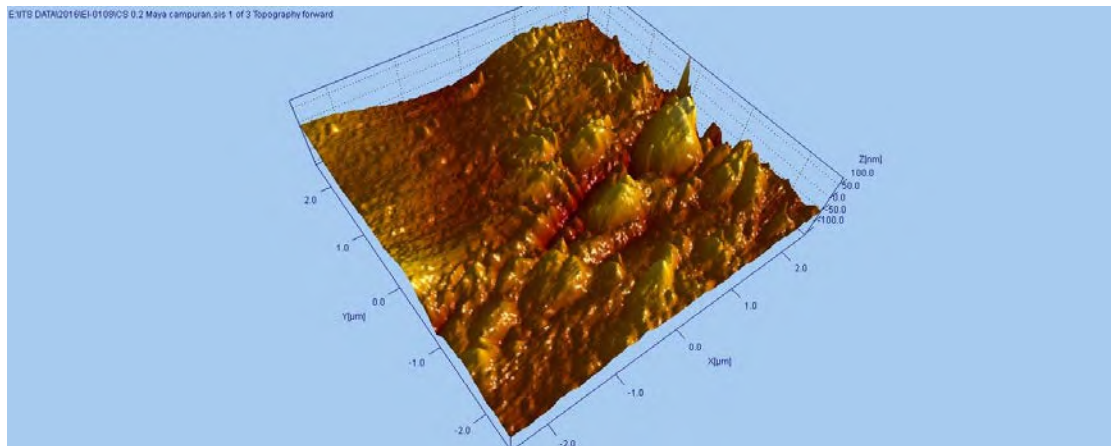
Gambar. J4. Topografi PVDF/K-0,1 dilihat dari sumbu x,y, z

c. PVDF/K-0,2



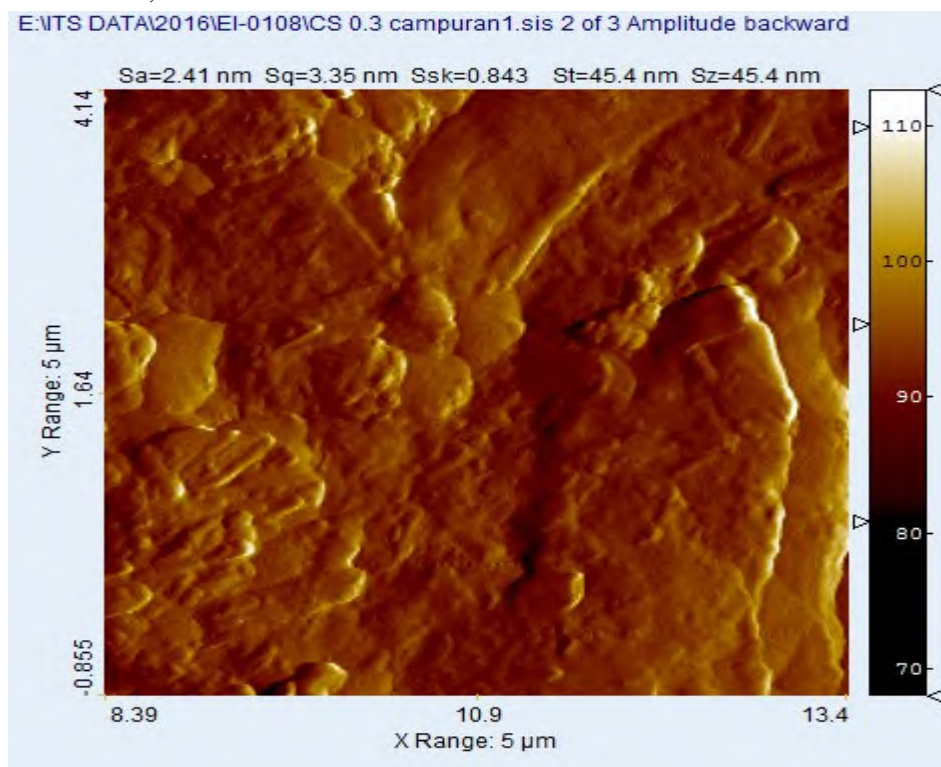
Gambar. J5. Topografi PVDF/K-0,2



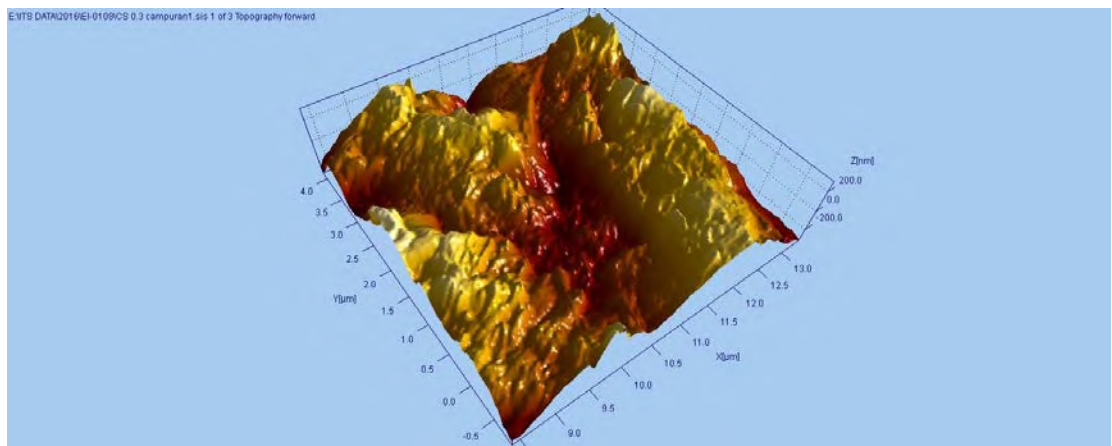


Gambar. J6. Topografi PVDF/K-0,2 dilihat dari sumbu x,y, z

d. PVDF/K-0,3

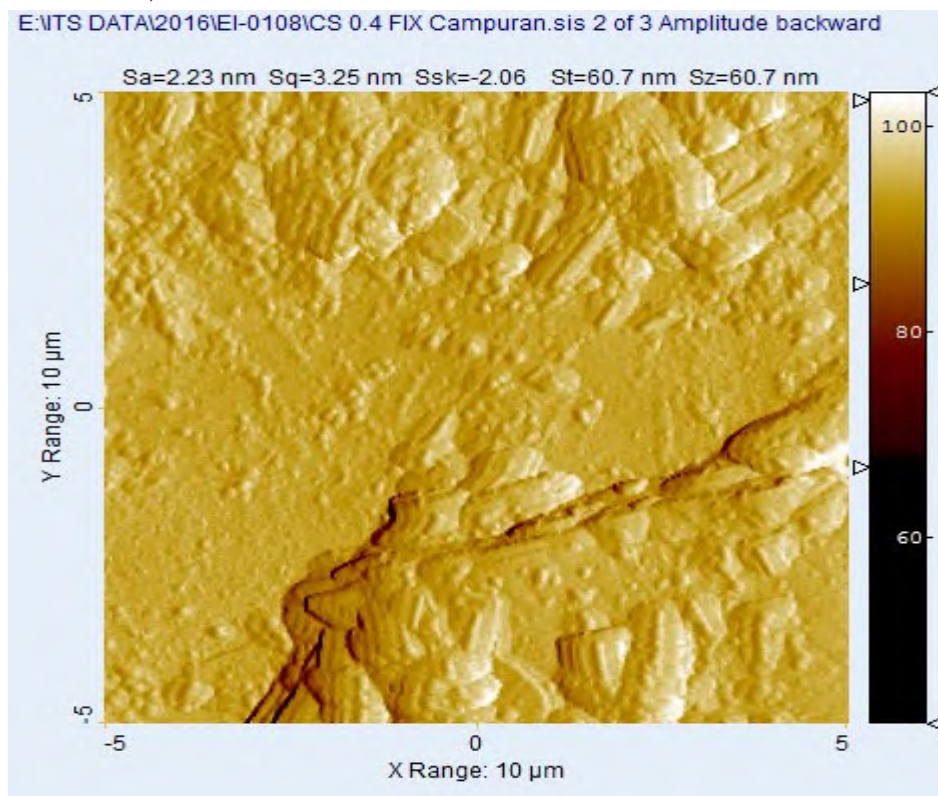


Gambar. J7. Topografi PVDF/K-0,3



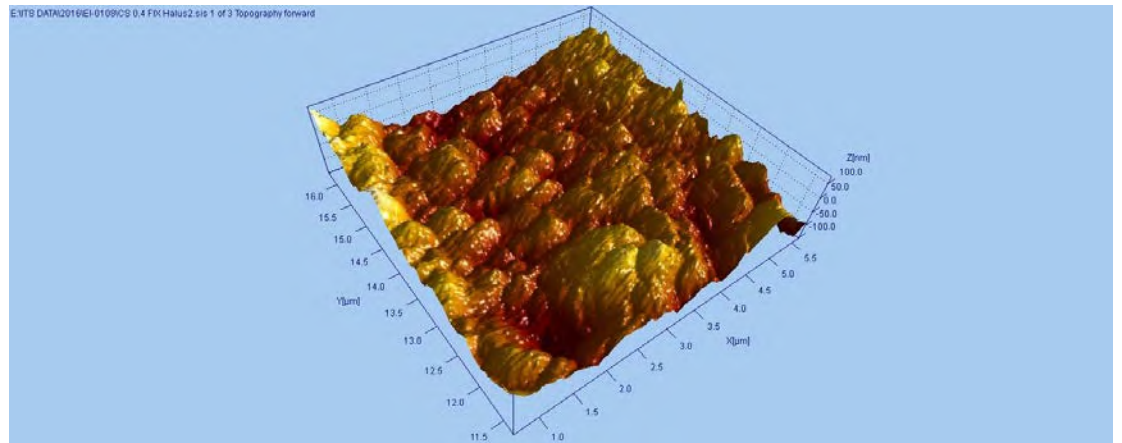
Gambar. J8. Topografi PVDF/K-0,3 dilihat dari sumbu x,y, z

e. PVDF/K-0,4



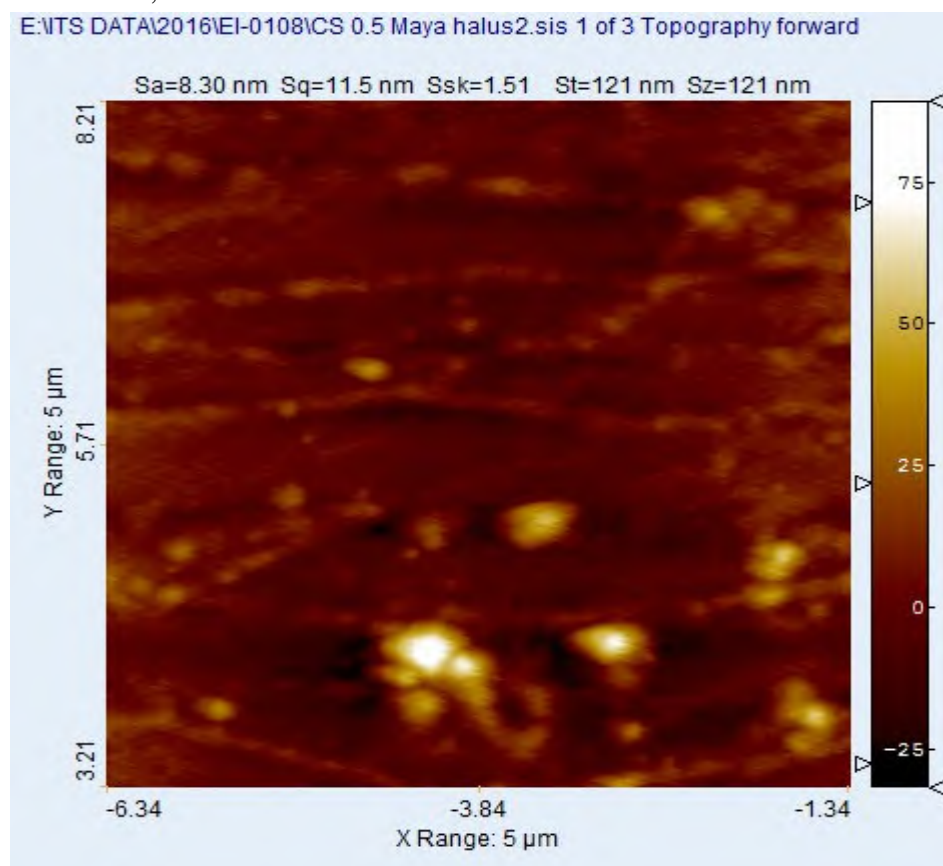
Gambar. J9. Topografi PVDF/K-0,4



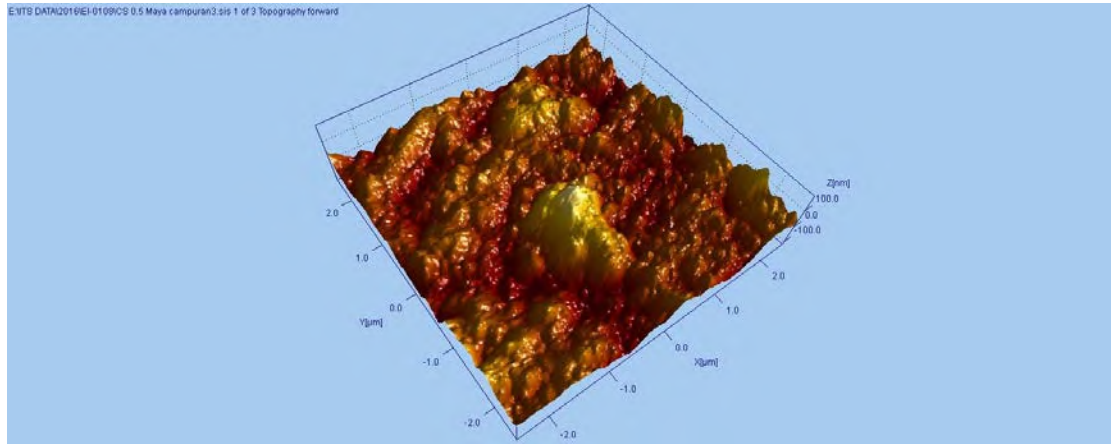


Gambar. J10. Topografi PVDF/K-0,4 dilihat dari sumbu x,y, z

f. PVDF/K-0,5



Gambar. J11. Topografi PVDF/K-0,5



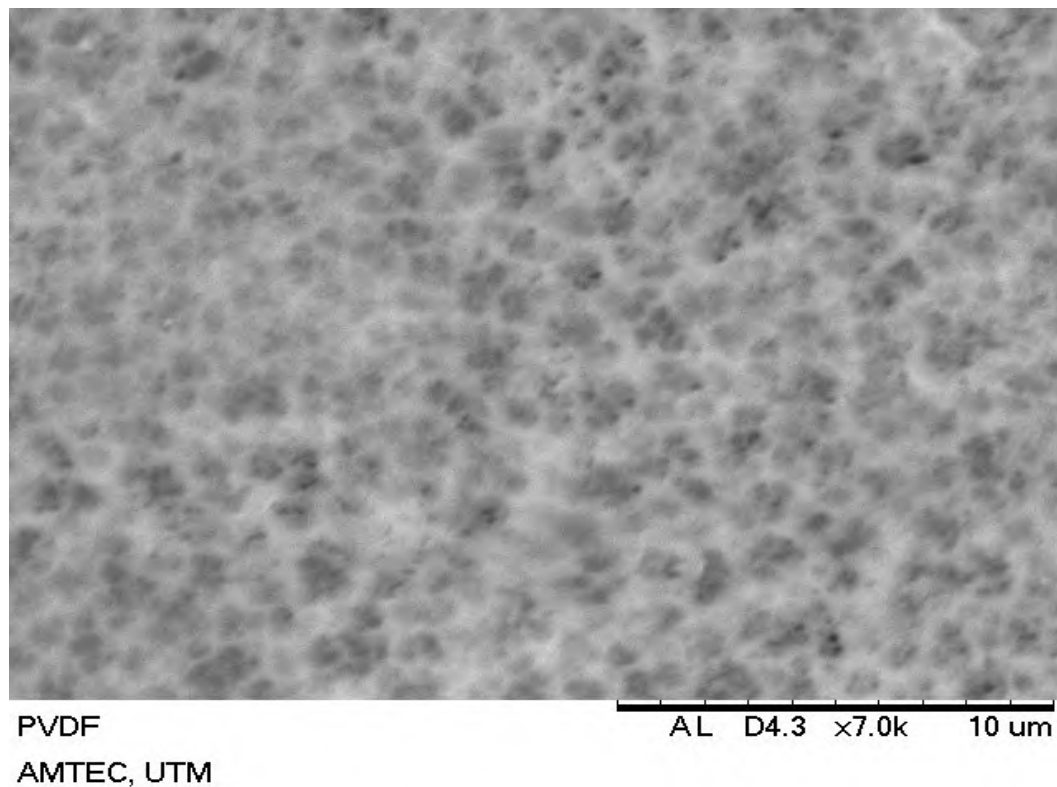
Gambar. J12. Topografi PVDF/K-0,5 dilihat dari sumbu x,y, z

## Lampiran K

### Uji Morfologi

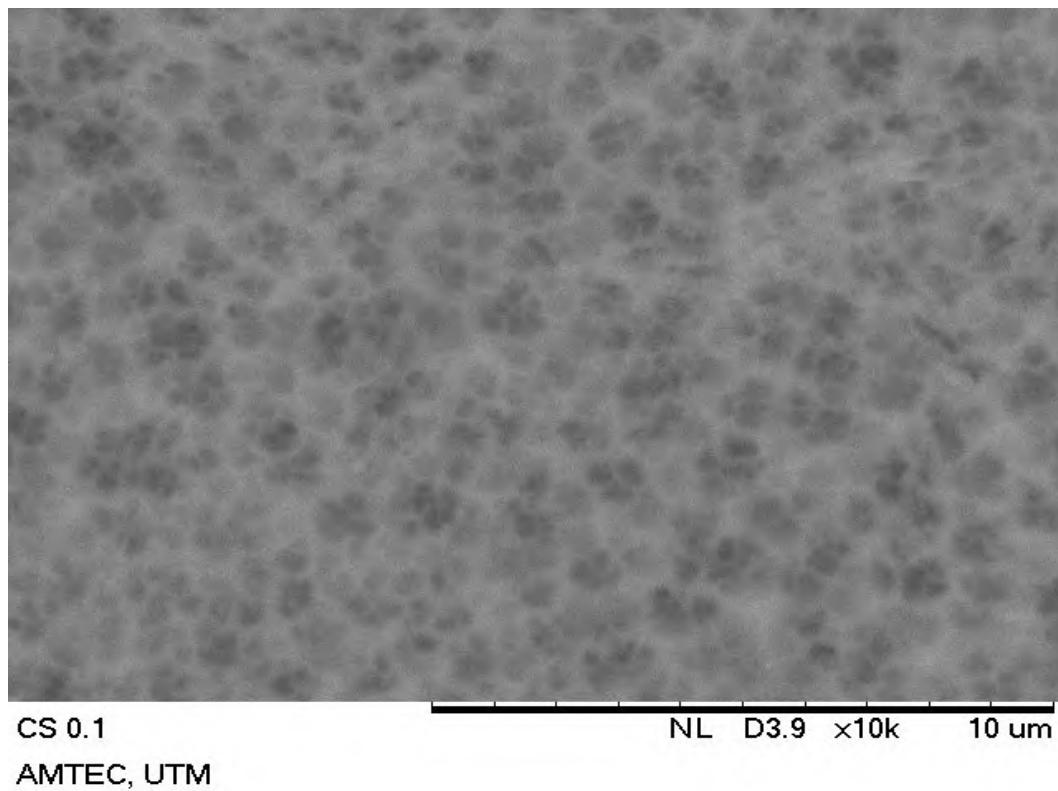
#### Uji SEM Permukaan Membran Serat Berongga PVDF

##### a. Membran PVDF



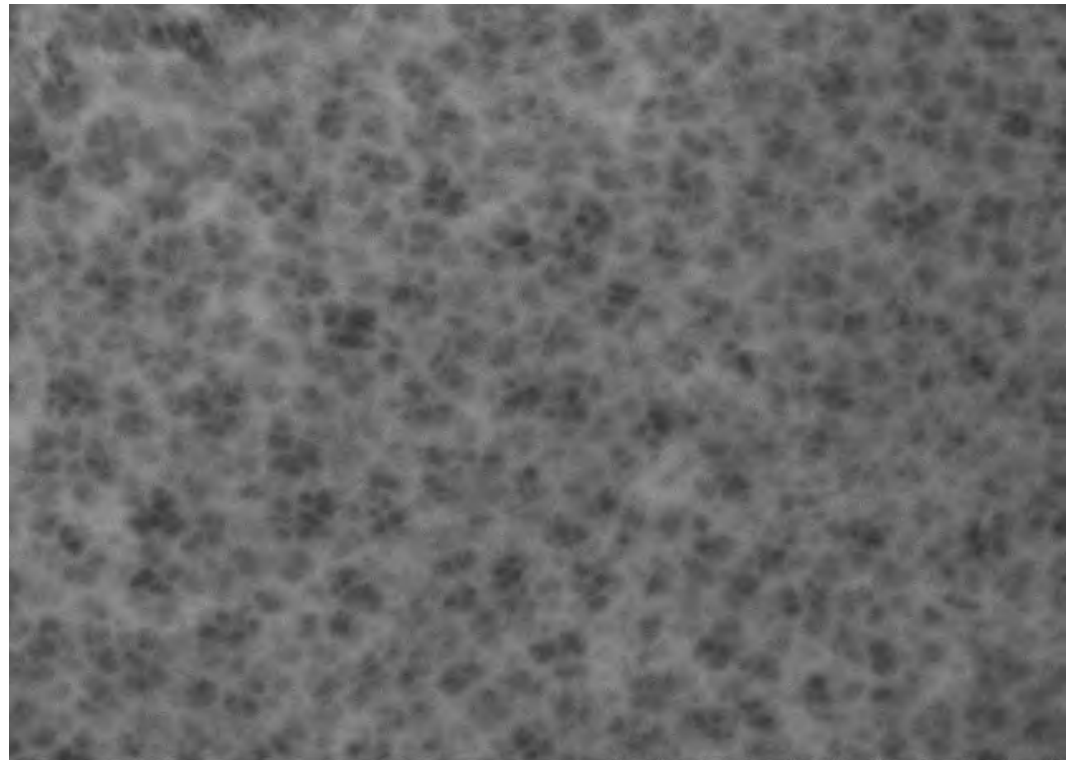
Gambar. K1. Hasil uji SEM permukaan membran PVDF

b. Membran PVDF/K-0,1



Gambar. K2. Hasil uji SEM permukaan membran PVDF/K-0,1

c. Membran PVDF/K-0,5



0.5 CS

AL D4.6 x7.0k 10 um

AMTEC, UTM

Gambar. K3. Hasil uji SEM permukaan membran PVDF/K-0,5

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*



## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil dan pembahasan diatas, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Adanya ikat silang antara kitosan dan glutaraldehid pada permukaan membran serat berongga PVDF ditunjukkan dari hasil uji FTIR, yaitu dengan munculnya gugus baru  $N=C$  yang terletak pada bilangan gelombang 1640 dan 1655  $cm^{-1}$ .
2. Adanya lapisan ikat silang antara kitosan dan glutaraldehid pada permukaan membran serat berongga PVDF modifikasi mengakibatkan terjadi perubahan warna dan peningkatan rata-rata kekasaran permukaan ( $S_q$ ), yang dihasilkan dari uji SEM dan AFM dan ukuran pori pada membran tanpa modifikasi dan dengan modifikasi terlihat merata, dikarenakan perlakuan yang dilakukan sama.
3. Hasil kinerja membran modifikasi serat berongga PVDF meningkat, yang ditunjukkan dari kemampuannya dalam merejeksi FFA sebesar 15,94% pada variasi kitosan 0,5 gram dibandingkan tanpa modifikasi 0%, meskipun fluks minyak yang dihasilkan pada membran dengan variasi massa kitosan 0,5 gram rendah dibandingkan tanpa modifikasi namun waktu hidup (*life time*) membran dengan modifikasi mampu bertahan selama 4,5 jam, yang menandakan penyumbatan (*fouling*) lama terbentuk pada pori-pori membran. Penyumbatan ini juga terlihat dari hasil uji FE-SEM.
4. Modifikasi membran PVDF dengan variasi massa kitosan juga dapat merubah sifat hidrofilisitas dari membran serat berongga PVDF, yang ditunjukkan dari hasil uji sudut kontak, yaitu pada membran PVDF tanpa modifikasi adalah  $90,24^\circ$ , yang menunjukkan sifat hidrofobik



dibandingkan pada membran PVDF dengan modifikasi 0,1-0,5 gram yaitu, 77,22, 83,89, 83,78, 84,52, dan 88,17° secara berurutan yang menunjukkan sifat hidrofilik.

5. Hasil uji porositas dan fluks air membran tanpa modifikasi untuk porositasnya adalah 55,45% sedangkan pada membran dengan modifikasi kitosan 0,1 gram yaitu 81,97%, begitu juga pada hasil uji fluks air pada membran PVDF dengan modifikasi kitosan menghasilkan fluks sebesar 1,12 liter/m<sup>2</sup>.jam dibandingkan pada membran tanpa modifikasi yaitu 0,84 liter/m<sup>2</sup>.jam.
6. Kekuatan mekanik dari membran PVDF dengan modifikasi kitosan cenderung mengalami peningkatan dibandingkan pada membran PVDF tanpa modifikasi yang ditunjukkan dari hasil uji kuat tarik. Sedangkan pada uji termal menggunakan TGA, dekomposisi massa antara membran tanpa modifikasi dan modifikasi pada suhu tinggi (900°C) tidak memiliki perbedaan secara signifikan, yang menandakan bahwa membran PVDF tanpa modifikasi dan modifikasi memiliki kestabilan termal yang baik.

## **5.2. Saran**

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mendapatkan hasil kinerja membran serat berongga PVDF yang baik, sehingga mendapatkan nilai rejeksi FFA, fluks minyak yang tinggi dan dapat memperlama waktu hidup (*life time*) serta dapat mengatasi masalah penyumbatan (*fouling*).

## DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, L., Ismail, S., Bhatia, S., (2005). *Membrane treatmen for palm oil mill effluent: effect of transmembrane pressure and crossflow velocity. Desalination* 179, 245–255
- Alicieo, R.V., Mendes, S., Pereira, C., Motta Lima, C., (2002). *Membrane ultrafiltration of crude soybean oil. Desalination* 148, 99–102
- Arora, S., Manjula, S., Khrishna, Gopala., Subramanian, R., (2005). " Membrane processing of crude palm oil. *Desalination* 191. 454-466
- Azmi, A., Ismail, F., Lau, J., Ng, C., Othman, H., Noor, M., Yusoff, A.S., (2015). *Deacidification of crude palm oil using PVA-crosslinked PVDF membrane. J. Food Eng.* 166, 163–173
- Baker, R.W., (2012). *Membrane Technology and Applications*, Edisi ketiga. ed. John Wiley & Sons Ltd, United Kingdom
- Basuki, RB., Sanjaya, Made Gusti I., (2009). Sintesis ikat silang kitosan dengan glutaraldehid serta identifikasi gugus fungsi dan derajat deasetilasinya. *Jurnal* 10, 93-101
- Bellona, christopher., Drewes, Jorg E., Xu, Pei., Amy, Gary. (2004). Factors affecting the rejection of organic solutes during NF/RO treatment - a literatue review. *Water research* 38, 2795-2809
- Beppu, M.M., Vieira, R.S., Aimoli, C.G, Santana, C.C. (2007). *Crosslinking of Chitosan Membranes Using Glutraldehyde : Effect on Ion Permeability and Water Absorption. J.Membr.Sci.*126 - 130
- Boributh, S., Chanachai, A., Jiraratananon, R., (2009). *Modification of PVDF membrane by chitosan solution for reducing protein fouling. J. Membr. Sci.* 342, 97–104
- Bottino. A., Capannelli.G., Munari. S., 1998. Effect of coagulation medium on properties of sulfonated polyvinylidene fluoride membranes. *Journal of applied polymer science*, 30, 3009-3022
- Carr, A., (1976). *Degumming and Refining Practices in the U.S. Oil Chem* 53, 347–352

- Chanachai, A., Meksup, K., Jiraratananon, R., (2010). *Coating of hydrophobic hollow fiber PVDF membrane with chitosan for protection against wetting and flavor loss in osmotic distillation process*. Sep. Purif. Technol. 72, 217–224
- Chen, Hwang Arh., Chen, Ming Shin., 2009. Biosorption azo dyes from aqueous solution by glutaraldehyde-crosslinked chitosans. Journal of hazardous materials 172, 1111-1121
- Cheryan, M., (1998). *Ultrafiltration and Microfiltration Handbook*. Press, Boca Raton, USA
- Cheryan, M., Raman, P., Rajagopalan, N., (1994). *Vegetable Oil Refining by Membrane Technology*. Proc. Sixth Int. Conf. Eng. Food 677–680
- Cheung, W.H.S., Szeto, S., McKay, G., (2008). *Enhancing the adsorption capacities of acid dyes by a chitosan nanoparticle*. Department of Chemical Engineering, University of Science and Technology, Hongkong
- Cleveland, T Christopher., ASCE, M., Seacord, F Thomas., Zander, K Amy (2002). Standardized membrane pore size characterization by polyethylene glycol rejection. Journal of environment engineering 128, 399-407.
- Cmolik, J., Schwarz, W., Svoboda, Z., Pokorny, J., Reblova, Z., Dolezal, M., (2000). *Effects of plant-scale alkali refining and physical refining on the quality of rapeseed oil*. European Journal of Lipid Science and Technology, 102, 15–22
- Cui, F.Z., Muralidhara, S.H., (2010). *Membrane Technology : A Practical Guide to membrane Technology and Applications in Food and Bioprocessing*. Butterworth-Heinemann, United Kingdom
- Ahmad, A. L., Ismail, S., & Bhatia, S. (2005). Membrane treatment for palm oil mill effluent: Effect of transmembrane pressure and crossflow velocity. *Desalination*, 179(1-3 SPEC. ISS.), 245–255
- De morais Coutinho Caesar., Chiu, CM., Basso, CR., Ribeiro, BP., Goncalves, GA., Viotto, A.L., (2009). "State of art of the application of membrane technology to vegetable oils : A review". Food Research International 42, 536 - 550
- Direktorat Jenderal Perkebunan, (2006). Statistik kelapa sawit tahun 2005. Departemen Pertanian, Jakarta

- Du, J.R., Peldszus, S., Huck, P.M., Feng, X., (2009). *Modification of poly(vinylidene fluoride) ultrafiltration membranes with poly(vinyl alcohol) for fouling control in drinking water treatment*. Water Res. 43, 4559–4568
- Dumont, M. J., dan Narine, S. S. (2007). "Soapstock and deodorizerdistillates from North American vegetables oils : Review on their characterization, extraction dan utilization". Food Research International, 40, 957-974
- Fang, Y., Hu, D., (1999). *Cross-linking of Chitosan with Glutaraldehyde in the Presence of Citric Acid-A New Gelling System*. Polymer 17, 551–556
- Fang, Yan., Xu, Kang-Zhi., Wu, Jian. 2013. Surface modification of membranes. John Wiley & Sons, Inc
- Fauzan, A., Hamdan, S., Sarifah, S., Abdul, A., Ambar, Y., (1998). *Chitisan Asam Absorbant of free fatty acid in palm oil*. Collect. Work. Pap. Chitin Chitosan UKM Malays. 249–257
- Fauzi, Y., (2007). Kelapa sawit, Budidaya Pemanfaatan hasil dan limbah analisis usaha dan pemasaran. Penebar Swadaya, Jakarta
- Georlette, P. dan Leva, J., (1984), "Composition comprising a vinylidene fluoride polymer and a blowing agent", U. S. Pat 4, 425-443
- García, A., Álvarez, S., Riera, F., Álvarez, R., & Coca, J. (2006). Sunflower oil miscella degumming with polyethersulfone membranes. Effect of process conditions and MWCO on fluxes and rejections. Journal of Food Engineering, 74, 516–522
- Gingras, L. (2000). *Refining of rice bran oil*. Inform, 11, 1196–1203
- Gonçalves, V.L., Laranjeira, M.C.M., Fávere, V.T., (2005). *Effect of Crosslinking Agents on Chitosan Microspheres in Controlled Release of Diclofenac Sodium*. Polímeros Ciênc. E Tecnol. 15, 6–12
- Grasselli, M. dan Betz, N., (2005), "Making Porous Membranes by Chemical Etching of Heavy-ion tracks in  $\beta$ -PVDF Films", Beam Interaction With Materiala and Atoms 236, 501-507
- Guibal, E., (2005). *Heterogenous Catalysis on Chitosan - Based Materials. A Review*. Polymer 30, 71–109
- Hadi, (2007). Info Sawit Volume I. Buletin Perkebunan, Jakarta

- Hai, F.I., Yamamoto, K., Fukushi, K., (2005). *Different fouling modes of submerged hollow-fiber and flat-sheet membranes induced by high strength wastewater with concurrent biofouling*. *Desalination* 180, 89–97
- Hanum, F., (2009). *Activated Carbon Improved [56] References Cited Vegetable Oil Refining Process*. Universitas Sumatera Utara, Sumatera Utara
- Hasyimah, M.A.I.N., Mohammad, A.W., Markom, M., (2011). *Influence of Triglycerides on Fouling of Glycerol-Water with Ultrafiltration Membranes*. *Am. Chem. Soc.* 50, 7520–7526
- Hasyimah, M.A.I.N., Mohammad, A.W., Markom, M., (2014). "*Adsorption properties of triglycerides and long chain fatty acids on UF membranes*". *Journal of Applied Sciences* 14, 1445-1449
- Huang, Jiaqii., dan Sathivel, Subramanian. (2010). Purifying salmon oil using adsorption, netralization, and a combined netralization, and adsorption process. *Journal of Food Engineering*. 96, 51-58
- Hwang, T.-S., (2011). *Fundamentals of membrane transport*. *Lorean JChemEng* 28, 1–15
- Irfan, muhammad., Idris, Ani., Yusof, Mohd Noordin., Khairuddin, Mohd Farahah Nur., Akhmad, Hasrul. (2014). Surface modification and performance enhancement of nano-hybrid f-MWCNT/PVP90/PES hemodialysis membranes. *Journal of membrane science* 467, 73-84
- Jonsson, Sofi-Ann., (2008). "Fouling During Ultrafiltration of a low molecular weight hydrophobic solute". *Separation Science and Technology*. 33:4. 503-516
- Kale, V., Katikaneni, S.P.R., Cheryan, M., (1999). *Deacidifying Rice Bran Oil by Solvent Extraction and Membrane Technology*. *JAOCS* 76, 723–727
- Kang, G., Cao, Y., (2014). *Application and modification of poly(vinylidene fluoride) (PVDF) membranes – A review*. *J. Of Membrane Sci.* 463, 145–165
- Kato, K., Uchida, E., Kang, E.T., Uyama, T., Ikada, Y., (2003). "Polymer surface with graft chains, *Progress in Polymer Science* 28 (2), 209-259
- Kellens, M., Gibon, V., Hendrix, M., dan De Greyt, W. (2007). "Palm oil factination. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 109(4), 336-349)

- Kesting, R.E., 1991. Synthetic polymeric membranes, McGraw Hill, Newyork
- Ketaren, S., (1986). Minyak dan lemak pangan. Universitas Indonesia, Jakarta
- Keurentjes, F.T., Doornbusch, I., Van't Riet, K., 1991. *The removal of fatty acids from edible oil. Removal of dispersed phase of a water-in-oil dispersion by a hydrophilic membrane*. Food Bioeng. 26(3), 409–423
- Kirk, R. E. dan Othmer, D.F., (2000), Encyclopedia of Chemical Engineering Technology, John Wiley and Sons Inc., New York
- Laila, Boor Singh; Kochkodan, Victor; Hashaikeh, raed; dan Hilal, Nidal, (2013), "A review on membrane fabrication: Structure, properties and performance relationship", Desalination, 326 (1), 77-95
- Li, Nana; Xiao, Changfa; Mei, Shuo; dan Zhang, Shujie, (2011), "The multi-pore-structure of polymer-silicon hollow fiber membrane fabricated via thermally induced phase separation combining with stretching", Desalination, 274, 284-291
- Li, W.-C., Chen, S.-Y., (2004). *Fouling of UF membrane by humic substance: Effects of molecular weight and powder-activated carbon (PAC) pre-treatment*. Desalination 170, 59–67
- Liu, F., Hasyim, N.A, Liu, Y.T, Abed, MRM., Li, K., (2011). "Progress in the production and modification of membranes. J. Member.Sci. 375. 1-27
- Lovinger, A.J.,(1981). *Poly(vinylidene Fluoride)*. Bell Lab, New Jearsey
- Madorsky, S.,(1964). *Fluorocarbon and chlorocarbon polymers in thermal degradation of organic polymers*. John Wiley and Sons Inc, New York
- Malik, Idris.,(2013). "Pengurangan asam lemak menggunakan larutan kitosan dari minyak kemiri sunan. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Mallack, H.M., Anderson, G.,(1997). *Crossflow Microfiltration with Dynamic Membranes*. Water Res. 31
- Manjula, S., & Subramanian, R. (2006). Membrane technology in degumming, dewaxing, deacidifying, and decolorizing edible oils. Critical reviews in food science and nutrition, 46, 569–592
- Mansur, S Herman., adahira, M Carolina., Souza, N Adriana., Mansur, AP Alexandra. (2008). FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with glutaraldehyde. Materials science and engineering 28, 539-548

- Modler, W. H. (2000). Milk processing. In N. Shuryo & W. H. Modler (Eds.), *Food protein processing applications* (pp. 1–88). Wiley: VCH Inc
- Moore, E.H., Ill, D., Yeates, B.J., Nebr, L.,(1979). *Activated Carbon Improved Vegetable Oil Refining Process*. U. S. Pat
- Morganti, P., Morganti, G., Morganti, A., (2011). *Transforming nanostructured chitin from crustacean waste into beneficial health products: a must for our society*. *Nanotechnol. Sci. Appl.* 4, 123–129
- Mulder, M., (1996). *Basic principles of membrane technology*. Kluwer Academic Publishers, London
- Muthoharoh, P.S., (2012). "Sintesis Polimer Superabsorben dari hidrogel kitosan terikat silang. Universitas Indonesia
- Muzarelli, R., (1993). *Carbohydrate Polym* 20, 7
- Naibaho, P., (1996). *Teknologi Pengolahan kelapa sawit*. Pusat Penelitian Kelapa Sawit, Medan
- Nakao, S. (1994). Determination of pore size and pore size distribution 3. Filtration membranes. *Journal of Membrane Science*, 96, 131–165
- Nguyen, T., (1985). *Degradation of poly(vinylidene fluoride) and poly(vinylidene flouride)*. *Polym. Rev.* 2, 227–225
- Norris, A., (1982). *Refining and Bleachin, in Bailey's Industrial Oil and Fat Products*, 4th edn. ed. John Wiley, New York
- Ochoa, N., Pagliero, C., Marchese, J., Mattea, M., (2001). *Ultrafiltration of vegetable oils Degumming by polymeric membranes*. *Sep. Purif. Technol.* 22-23, 417–422
- O'Mahony, T., Guibal, E., (2002). *Reactive dye biosorption by Rhizopus arrhizus biomass*. *Enzyme Microb Technol* 31, 456–463
- Ong, S., Lau, J., Goh, S., Ng, C., Ismail, F., (2013). *Preparation and characterization of PVDF–PVP–TiO<sub>2</sub> composite hollow fiber membranes for oily wastewater treatment using submerged membrane system*. *Desalination Water Treat.* 1–11
- Orthoefer, F. T. (1996). *Rice bran oil*. In Y. H. Hui (Ed.), *Baileys industrial oil and fat products* (5th ed., Vol. 2, pp. 393–409). NewYork, USA: John Wiley and Sons

- Pagliero, C., Mattea, M., Ochoa, N., Marchese, J., (2007). *Fouling of polymeric membranes during degumming of crude sunflower and soybean oil*. J. Food Eng. 78, 194–197
- Pagliero, C., Ochoa, N., Marchese, J., Mattea, M., (2004). *Vegetable oil degumming with polyimide and polyvinylidene fluoride ultrafiltration membranes*. J. Chem. Technol. Biotechnol. 79, 148–152
- Pagliero, C., Ochoa, N., Marchese, J., Mattea, M., (2001). *Degumming of Crude Soybean Oil by Ultrafiltration Using Polymeric Membranes*. JAOCS 78, 793–796
- Pahan, I., (2006). Panduan lengkap kelapa sawit. Penebar Swadaya, Jakarta
- Pavia, L. Donald., Lampman, M. Gary, Kriz, S. George. (2001). Introduction to spectroscopy, third edition. Thomson learning, Inc. Thomson. United States of America
- Pereda, Mariana., Amica, Guillermina., Marcovich, E. N. (2012). "Development and characterization of edible chitosan/olive oil emulsion films. Carbohydrate Polymers. 87, 1318-1325
- Pioch, D., Lague`ze, C., (1996). *Towards an efficient membrane based vegetable oils refining* 7, 83–89
- Purwanto, H., (2010). Biokonversi CPO Dengan Desaturase Secara Kontinyu Menggunakan Mikroreaktor Membran Untuk Produksi Minyak Mengandung Asam -Vlinoleat (GLA). Pus. Teknol. Bioind. Badan Pengkaj. dan Penerapan Teknol. BPPT
- Radna, N. (2010). "Pengurangan asam lemak bebas dari minyak goreng curah oleh asam askorbat bersalut kitosan nanopartikel. Universitas Sumatera Utara.
- Raman, P., Cheryan, M., Rajagopalan, N., (1996). *Deacidification of Soybean Oil by Membrane Technology* 73, 219–224
- Raman, P., Rajagopalan, N., Cheryan, M., (1994). *Consider Nanofiltration for Membrane Separations* 90(3), 68–74
- Rinaudo, M., (2006). *Chitin and Chitosan : Properties and applicatios*. Prog. Polym. Sci. 31, 603–632
- Roussel, S., McElroy, K.L., Judovits, L.H., (1992). *Molecular weight dependent of the crystallization kinetics of poly(vinylidene fluoride)*. Polym. Eng. Sci. 32, 1300–1308



- Rupani, P., Singh, R., Ibrahim, H., Esa, N., (2010). *Review of Current Palm Oil Mill Effluent (POME) Treatment Methods: Vermicomposting as a Sustainable Practice*. *World Appl. Sci. J.* 11(1), 70–81
- Sathivel, S dan Prinyawiwatkul, W. (2004). "Adsorption of FFA in Crude Catfish oil onto Chitosan, activated carbon and activated earth: A kinetics study". *JAOCS*. 81, 493-496
- Shan, Y., Hu, Z., (2007). *Article Exploring Nanochitosan*. ATA-J. Asia Text. Appar. China
- Shelma, R., sharma, P.C., (2011). *Development of lauroyl sulfated chitosan for enhancing hemocompatibility of chitosan*. *Colloids Surf.* 84, 561–570
- TAMSI\_DMSI, (2010). Fakta Kelapa Sawit Indonesia
- Tan, B.K., (1981). *Malaysian Palm Oil Chemical and Physical Characteristics*. *PORIM Technology*, Malaysia
- Teow, Y.H., Ahmad, A.L., J. K., dan Ooi, B. S., (2012), "Preparation and characterization of PVDF/TiO<sub>2</sub> mixed matrix membrane via in situ colloidal precipitation method", *Desalination* 295, 61-69
- Uragami, Tadashi., Matsuda, Toshiko., Okuno, Hiroshi., Miyata, Takashi. (1994). Structure of chemically modified chitosan membranes and their characteristics of permeation and separation of aqueous ethanol solutions. *Journal of membrane science* 88, 243-251
- Wang, X.P., Shen, Z.Q., Zhang, F.Y., (1998). *Pervaporation Separation of Water/Alcohol Mixtures Through Hydroxypropylated Chitosan Membranes*. *J. Appl. Polym. Sci.* 69, 2035–2041
- Wenten, G.I., (2008). *Simultaneous degumming and clarification for crude palm oil*. Inst. Teknol. Bnadung
- Wenten, G.I., (2001). *Teknologi membran industrial*. Institut Teknologi bandung, Bandung
- World Oil Group, (2015). *Enviromental, Health, and Safety Guidelines Vegetable Oil Production and Processing*
- Xi, Yu Zhen., Xu, Yi Yoo., Zhu, Ping Li, Wang, Yue, Zhu, Ku Bao. (2009). A facile method of surface modification for hydrophobic polymer membranes based on the adhesiv behavior of poly (DOPA) and poly (dopamine). *Journal of membrane science* 327, 244-253

- Yen, C., (1994). *Palm Oil Carotenoids Food and Nutrition Bulletin* 15, 2
- Yuan, Yuehua and Lee, Randall T. (2013). Contact angle and wetting properties. Surface science techniques (51)
- Zufarov, O., Schmidt, Š., Sekretár, S., (2008). *Degumming of rapeseed and sunflower oils*. Acta Chim. Slovaca 1, 321–328

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## Biodata Penulis



Penulis memiliki nama lengkap Romaya Sitha Silitonga, lahir di Medan, Sumatera Utara pada tanggal 13 Oktober 1989, merupakan anak bungsu dari 2 bersaudara, pasangan A. Silitonga dan N. Pasaribu. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SD Bakti Bersubsidi Pulo Brayan Bengkel Medan (1996-2002), SLTP N 24 Medan (2002-2005), dan SMA Methodist-8 Medan (2005-2008). Penulis melanjutkan jenjang pendidikan D3 di jurusan Teknik Kimia Akademi Teknologi Industri Padang (ATIP) Sumatera Barat melalui jalur undangan pada tahun 2008 dan menyelesaikan pendidikan D3 pada tahun 2011. Penulis melanjutkan kembali jenjang pendidikan S1 di jurusan Teknik Kimia Universitas Bung Hatta Padang-Sumatera Barat pada tahun 2011 sampai 2013. Selanjutnya pada bulan September tahun 2013, penulis mendapat beasiswa Pra-S2 dari DIKTI dan Puji Tuhan diterima menjadi mahasiswi pascasarjana kimia di Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya, dengan NRP : 1414201008. Pada akhir masa studi, penulis melakukan penelitian dalam bidang minat kimia fisika mengenai membran serat berongga PVDF dengan kitosan dan agen pengikat silang glutaraldehid untuk aplikasi penurunan asam lemak bebas dari minyak kelapa sawit mentah. Penelitian dilakukan penulis di bawah bimbingan Ibu Nurul Widiastuti, M.Si, Ph.D dari kimia ITS dan Ibu Dr. Juhana Jafaar dari AMTEC (*Advanced Membrane Technology Research Centre*) UTM, Malaysia.